



Etude du comportement thermohydrrique de matériaux “ chanvre-chaux ” lors de la phase de séchage – Estimation par technique inverse des propriétés hydriques

Atika Zaknounge

► To cite this version:

Atika Zaknounge. Etude du comportement thermohydrrique de matériaux “ chanvre-chaux ” lors de la phase de séchage – Estimation par technique inverse des propriétés hydriques. Sciences de l'ingénieur [physics]. Université de Bretagne Sud, 2011. Français. NNT : . tel-01131120

HAL Id: tel-01131120

<https://theses.hal.science/tel-01131120>

Submitted on 13 Mar 2015

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



**UNIVERSITE
EUROPEENE
DE BRETAGNE**

THESE / UNIVERSITE DE BRETAGNE SUD

*sous le sceau de l'Université européenne de Bretagne
N° d'ordre : ---*

pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE BRETAGNE SUD

Mention : Sciences pour l'Ingénieur

Spécialité : Energétique

Ecole doctorale SICMA

Présentée par

Atika ZAKNOUNE

Préparée au LIMATB

Laboratoire d'Ingénierie des
MaTériaux de Bretagne

**Etude du comportement thermohydrrique
de matériaux « chanvre-chaux » lors de
la phase de séchage – Estimation par
technique inverse des propriétés
hydriques**

Thèse soutenue le 15-12-2011
devant le jury composé de :

Rapporteurs

M. Bertrand GARNIER

Chargé de recherche CNRS, HDR, Université de Nantes

Mme Monika WOLOSZYN

Professeur, Université de Savoie

Examineurs

M. Rafik BELARBI

Maître de conférences, HDR, Université de la Rochelle

M. Christophe LANOS

Professeur, Université de Rennes

Directeurs de thèse

M. Patrick GLOUANNEC

Professeur, Université de Bretagne Sud

M. Patrick SALAGNAC

Professeur, Université de la Rochelle

RÉSUMÉ

Les travaux développés dans cette thèse ont porté sur l'étude des mécanismes de transfert de chaleur et de masse au sein de matériaux « chanvre-chaux ». L'objectif était d'élaborer et de valider un modèle prédictif du comportement thermohydrique de ces matériaux au jeune âge (phase de séchage) en ayant recours aux techniques inverses pour l'estimation de propriétés difficilement mesurables. Des études expérimentales ont été effectuées afin de déterminer les propriétés thermo-physiques des matériaux nécessaires à la simulation. Les cinétiques de séchage ont été établies dans le cas du séchage convectif sur une face. L'enregistrement automatique des mesures a permis de disposer des évolutions au cours du temps de la masse, des températures et des conditions réelles subies par les échantillons. En parallèle à ces études expérimentales, un modèle permettant de décrire le comportement de ces produits lors du séchage convectif a été développé. Les coefficients de transfert hydrique ont été estimés à partir de cinétiques de séchage convectif obtenues expérimentalement. La méthode inverse utilisée est basée sur l'algorithme SQP (Programmation Quadratique Successive), elle a permis d'identifier les propriétés hydriques des liants et des mélanges chanvre/chaux dans différentes conditions et de mettre en évidence les améliorations à apporter.

Mots clés : *Matériaux bio-sourcés, Milieux poreux, Transferts de chaleur et de masse, Coefficients de transport hydrique, Expérimentation, Modélisation numérique, Technique inverse.*



ABSTRACT

The works developed in this thesis are focused on the mechanisms of heat and mass transfer in "hemp-lime" materials. The objective was to develop and validate a predictive model of thermo-hydrous behaviour of these materials at early age (drying phase) and use inverse techniques for estimating properties which are difficult to measure. Experimental studies were conducted to determine the thermo-physical properties of materials required for the simulation. The drying kinetics were also established in the case of one side convective drying. The automatic registration of the measurements has allowed obtaining the evolution with time of the mass, temperature and the conditions experienced by the samples. In parallel to these experimental studies, a mathematical model which describes the behaviour of these products during convective drying has been developed and moisture transfer coefficients were estimated by inverse method from convective drying kinetics obtained experimentally. This inverse method based on the SQP algorithm (successive quadratic programming), is allowed to identify the hydrous properties of binder and "hemp-lime" mixture under different conditions and highlight areas for improvement.

Keywords: *hemp-lime materials, Porous media, Heat and mass transfer, Moisture transport coefficients, Experimentation, Numerical Modelling, Inverse technique.*

REMERCIEMENTS

Ce travail de recherche a été mené dans le cadre d'un projet ANR au sein du Laboratoire d'Ingénierie des MATériaux de Bretagne (LIMATB), d'équipe d'Etudes Thermiques Énergétiques et Environnement (ETEE) de l'Université de Bretagne Sud. Je tiens donc à remercier le LIMATB de m'avoir accueilli et la région de Bretagne et le conseil général du Morbihan de m'avoir soutenu financièrement.

Je tiens à remercier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'accomplissement de ce travail, et en particulier mes directeurs de thèse: Patrick GLOUANNEC et Patrick SALAGNAC, qui m'ont recruté sur ce sujet de thèse et qui ont guidé mes réflexions tout au long de ces années. Je les remercie particulièrement pour tout le temps qu'ils ont consacré à la relecture de ce mémoire, pour leurs conseils qui m'ont beaucoup appris sur les méthodes de travail.

Je remercie M. Christophe LANOS, qui a accepté de présider le jury de cette thèse. Je suis reconnaissante à M. Bertrand GARNIER et Mm. Monika WOLOSZYN d'avoir accepté d'examiner mon travail et d'y accorder un intérêt. Mes remerciements vont également à M. Rafik BELARBI, pour sa participation à mon jury de thèse.

Les études présentées dans ce mémoire sont basées sur un travail expérimental important. Je tiens donc à remercier Mm. Florence COLLET pour ses conseils sur la préparation des échantillons. Des remerciements chaleureux sont adressés à l'ensemble des techniciens et ingénieurs du laboratoire : Michel DUMONS, Jean COSTA et Anthony MAGUERESSE pour les aides précieuses qu'ils m'ont apporté dans la réalisation de certaines mesures expérimentales.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance aux membres de l'équipe ETEE et à tous les collègues avec qui j'ai eu l'occasion d'échanger, et particulièrement ceux qui sont passés par le bureau 227: Sylvain THEVENOT, Pascal LE BIDEAU, Nadine ALANIC, Sylvain LOUARN, Vincent NICOLAS, Hala YACINE... Que tous trouvent ici mes plus chaleureux remerciements.

Enfin, je tiens à remercier ceux qui m'ont aidé à tout moment : Mes parents, mes sœurs et mes neveux. Une pensée particulière à Rezki pour sa patience et son soutien dans les moments difficiles.

Table des matières

NOMENCLATURE	15
INTRODUCTION.....	17
I. ELEMENTS BIBLIOGRAPHIQUES	23
I.1 MILIEUX POREUX : DEFINITIONS ET GRANDEURS	23
I.1.1 L'ADSORPTION ET LA DESORPTION	25
I.1.2 LA CONDENSATION CAPILLAIRE / CAPILLARITE	27
I.1.3 MECANISMES DE TRANSFERT D'EAU DANS UN MATERIAU CAPILLARO-POREUX	28
I.2 MODELISATION D'UN PROBLEME DE SECHAGE.....	30
I.2.1 CINETIQUE DE SECHAGE CONVECTIF : PHASES DE SECHAGE.....	31
I.2.2 MODELISATION DES MECANISMES LIES AUX TRANSFERTS DE CHALEUR ET DE MATIERE.....	33
I.2.3 COUPLAGE DE TRANSFERT THERMOHYDRIQUE / HYDRATATION	37
I.3 LES COEFFICIENTS DE TRANSFERTS HYDRIQUES	40
I.3.1 COEFFICIENT DE DIFFUSION GLOBAL « DIFFUSIVITE HYDRIQUE »	40
I.3.2 COEFFICIENTS DE TRANSFERT HYDRIQUE EN PHASE LIQUIDE ET EN PHASE GAZEUSE ET TECHNIQUES INVERSES	42
I.4 MATERIAUX ETUDIES : CARACTERISTIQUES PHYSIQUES ET CHIMIQUES	44
I.4.1 LES LIANTS	44
I.4.2 LES PARTICULES ET LES FIBRES DU CHANVRE	46
I.4.3 LES MELANGES CHANVRE/CHAUX	47
I.5 CONCLUSION.....	50
II. CARACTERISATION DES MATERIAUX.....	53
II.1 MATERIAUX ET PREPARATION DES EPROUVETTES	53
II.1.1 PARTICULES VEGETALES ET CINETIQUES D'ABSORPTION DE L'EAU	53
II.1.2 LIANTS A BASE DE CHAUX	55
II.1.3 PREPARATION DES EPROUVETTES DE LIANT ET DE MELANGE CHANVRE/CHAUX	57
II.2 MESURES DES ISOTHERMES DE DESORPTION.....	59
II.2.1 METHODE DE MESURE	59
II.2.2 ISOTHERMES DE DESORPTION DU LIANT TRADICAL® PF80 M.....	60
II.2.3 ISOTHERMES DE DESORPTION DES PARTICULES VEGETALES	64
II.2.4 ISOTHERMES DE DESORPTION DES MELANGES CHANVRE/CHAUX	65
II.3 MESURE DES PROPRIETES THERMOPHYSIQUES.....	67
II.3.1 CONDUCTIVITES THERMIQUES	67
II.3.2 CHALEUR MASSIQUE	68
II.4 CONCLUSION	71
III. MESURE ET ANALYSE DES CINETIQUES DE SECHAGE EXPERIMENTALES.....	75
III.1 BANC DE SECHAGE	75
III.1.1 MESURE DES SOLlicitATIONS EXTERIEURES	76
III.1.2 MESURE DES GRANDEURS D'ETAT DU PRODUIT	76
III.1.3 ACQUISITION - COMMANDE.....	77
III.2 ETUDE DU LIANT PF80 M.....	78
III.2.1 DESCRIPTIF D'UN ESSAI TYPE	78
III.2.2 INFLUENCE DE L'AGE DES MATERIAUX	80

III.2.3	INFLUENCE DE LA VITESSE D' AIR	83
III.2.4	DISTRIBUTION DE LA TENEUR EN EAU	85
III.3	ETUDE DU SECHAGE DE MELANGES CHANVRE/TRADICAL® PF80 M.....	86
III.3.1	DESCRIPTION D'UN ESSAI TYPE	87
III.3.2	INFLUENCE DU TYPE DE GRANULATS ET DE L' AGE DES MATERIAUX	88
III.3.3	INFLUENCE DE L' EPAISSEUR DES ECHANTILLONS	93
III.3.4	INFLUENCE DES CONDITIONS AEROTHERMIQUES	93
III.3.5	DISTRIBUTION DE LA TENEUR EN EAU AU SEIN DU MATERIAU	96
III.4	DETERMINATION DU COEFFICIENT D' ECHANGE PAR CONVECTION	97
III.5	IDENTIFICATION DU COEFFICIENT DE DIFFUSION A L' AIDE DE SOLUTIONS ANALYTIQUES	98
III.6	CONCLUSION.....	100

IV. ESTIMATION PAR TECHNIQUE INVERSE DES PROPRIETES RELATIVES AU TRANSFERT HYDRIQUE..... 103

IV.1	MODELES MATHEMATIQUES.....	103
IV.1.1	EQUATIONS DE TRANSFERT DE CHALEUR ET DE MASSE AU SEIN DU MATERIAU	104
IV.1.2	CONDITIONS AUX LIMITES	104
IV.2	RESOLUTION NUMERIQUE DES EQUATIONS	105
IV.3	ETUDE DE SENSIBILITE	107
IV.3.1	SIMULATION DE REFERENCE	108
IV.3.2	SENSIBILITE DU MODELE AUX COEFFICIENTS DE TRANSFERT HYDRIQUE	109
IV.4	METHODE D' ESTIMATION DEVELOPEE	112
IV.4.1	DESCRIPTION DE LA METHODE	112
IV.4.2	APPLICATION DE LA METHODE.....	114
IV.5	CONCLUSION	130

V. MODELISATION DU COMPORTEMENT THERMOHYDRIQUE DES MATERIAUX CHANVRE/CHAUX AU COURS DU SECHAGE 133

V.1	ETUDES DU LIANT.....	133
V.1.1	ETUDE D'UN MATERIAU SECHE 48 H APRES LA MISE EN ŒUVRE	134
V.2	ETUDE DES MELANGES CHANVRE / LIANT	143
V.2.1	ETUDE D'UN MATERIAU C.C/C SECHE 48H APRES SA MISE EN ŒUVRE	145
V.2.2	INFLUENCE DE L' ISOTHERME DE DESORPTION	146
V.2.3	APPLICATION DES PARAMETRES ESTIMES A DES ESSAIS DANS DES CONDITIONS EXPERIMENTALES DIFFERENTES	147
V.3	SENSIBILITE DU MODELE AUX PARAMETRES D' ENTREE.....	149
V.3.1	COEFFICIENTS DE TRANSFERTS HYDRIQUES	150
V.3.2	IMPACT DES CONDITIONS DE SECHAGE, DE LA MASSE VOLUMIQUE ET DE LA CONDUCTIVITE THERMIQUE.....	151
V.4	CONCLUSION	153

CONCLUSION ET PERSPECTIVES 155

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 157

Liste des figures

Figure I.1 : Représentation schématique de l'état de l'eau dans un milieu poreux.	25
Figure I.2 : Classification des isothermes d'adsorption selon l'I.U.P.A.C. (1985).	26
Figure I.3 : Classification des boucles d'hystérésis selon l'I.U.P.A.C. (1985).	27
Figure I.4 : Mouvements de l'eau dans un pore pour différents teneurs en eau d'après Rose (1963).	28
Figure I.5 : Courbe caractéristique de la cinétique de séchage d'un matériau capillaro-poreux.	32
Figure I.6 : Microstructure du mortier de liant Tradical® PF70 (E/L=0,5) (Nguyen, 2010).	45
Figure I.7 : Morphologie de la plante de chanvre et des particules de chènevotte (source BCB).	46
Figure II.1 : Granulats de chanvre : (a) chènevotte Chanvribat, (b) chanvre fibré court Terrachanvre.	54
Figure II.2 : Comportements des granulats de Chanvribat et Terrachanvre en présence d'eau.	54
Figure II.3 : Chaleurs d'hydratation des liants Tradical® PF70 et PF80 M.	56
Figure II.4 : Les vitesses d'hydratation du Tradical® PF70.	57
Figure II.5 : Caractérisation des matériaux.	57
Figure II.6 : Echantillons du mélange chanvre/chaux (a) : à l'état frais, (b) : après séchage.	58
Figure II.7 : Enceinte expérimentale pour les solutions salines.	59
Figure II.8 : Isothermes de désorption du liant durci Tradical® PF80 M.	61
Figure II.9 : Evaluation de la carbonatation des matériaux à l'aide de la phénophtaléine.	62
Figure II.10 : Isothermes de désorption et d'adsorption du liant Tradical® PF80 M initialement à l'état frais.	63
Figure II.11 : Isothermes de désorption des particules de chanvre.	65
Figure II.12 : Isotherme de désorption des mélanges chanvre/Tradical® PF80 M.	66
Figure II.13 : Dispositif de mesure de la conductivité thermique « plaque chaude gardée ».	67
Figure II.14 : Valeurs des conductivités thermiques à l'état sec et à 20°C.	68
Figure II.15 : Valeurs des conductivités thermiques en fonction de l'hygrométrie ambiante à 20°C.	68
Figure II.16 : Evolution des chaleurs massiques du liant PF80 M avec la température.	70
Figure II.17 : Evolution des chaleurs massiques du liant PF80 M avec la température.	70
Figure II.18 : Evolution des chaleurs massiques des mélanges chanvre/Tradical® PF80 M avec la température.	71
Figure III.1 : Pilote de séchage.	76
Figure III.2 : Positionnement des thermocouples.	77
Figure III.3 : Système d'acquisition et de commande.	77
Figure III.4 : Cinétique de séchage du liant Tradical® PF80 M (essai 1).	79
Figure III.5 : Flux masse d'eau évaporée du liant Tradical® PF80 M (essai 1).	80
Figure III.6 : Températures de surface mesurées par le pyromètre (P) et par le thermocouple (T).	80
Figure III.7 : Evolution des températures d'air et des humidités relatives (essais 1, 2, 3 et 4).	81
Figure III.8 : Evolution des températures du fond (essais 1, 2, 3 et 4).	81
Figure III.9 : Comparaison des évolutions des masses (essais 1, 2, 3 et 4).	82
Figure III.10 : Comparaison des teneurs en eau (essais 1, 2, 3 et 4).	82
Figure III.11 : Comparaison des températures de surface (essais 1, 2, 3 et 4).	83
Figure III.12 : Comparaison des flux masses d'eau évaporée (essais 1, 2, 3 et 4).	83
Figure III.13 : Evolution des températures d'air et des humidités relatives (essais 3, 5 et 6).	84
Figure III.14 : Evolution des températures du fond (essais 3, 5 et 6).	84
Figure III.15 : Comparaison des températures de surface (essais 3, 5 et 6).	84
Figure III.16 : Comparaison des flux masses d'eau évaporée (essais 3, 5 et 6).	85
Figure III.17 : Découpage de l'échantillon.	85
Figure III.18 : Evolutions des températures de surface et des teneurs en eau au cours de séchage (essais 2 et 7).	86
Figure III.19 : Distribution des teneurs en eau du liant Tradical® PF80 M selon l'épaisseur.	86
Figure III.20 : Cinétique de séchage d'un mélange chanvre/chaux - 0 heure après mise en œuvre - épaisseur de 2,5 cm (essai 1).	88
Figure III.21 : Flux masse évaporée du mélange chanvre/chaux, 0 heure après sa mise en œuvre - épaisseur de 2,5 cm (essai 1).	88
Figure III.22 : Organigramme des comparaisons des cinétiques de séchage obtenues pour différents granulats de chanvre et à différents âges.	89
Figure III.23 : Evolution des températures d'air et des humidités relatives (essais 1 et 2).	89
Figure III.24 : Comparaison des températures de surface (essais 1 et 2).	90
Figure III.25 : Comparaison des teneurs en eau (essais 1 et 2).	90
Figure III.26 : Comparaison des flux masses d'eau évaporée (essais 1 et 2).	90
Figure III.27 : Evolution des températures d'air et des humidités relatives (essais 3 et 4).	91

Figure III.28 : Comparaison des températures de surface (essais 3 et 4).	91
Figure III.29 : Comparaison des teneurs en eau (essais 3 et 4).	92
Figure III.30 : Comparaison des flux masses d'eau évaporée (essais 3 et 4).	92
Figure III.31 : Comparaison de l'évolution des teneurs en eau des essais 1, 2, 3 et 4.	92
Figure III.32 : Comparaison des cinétiques de séchage des essais 4 et 5.	93
Figure III.33 : Comparaison des vitesses de séchage pour les essais 4 et 5.	93
Figure III.34 : Evolution de la teneur en eau en fonction du temps pour différentes températures d'air (essais N° 10, 11 et 12).	94
Figure III.35 : Evolution du flux masse évaporée en fonction du temps pour différentes températures d'air (essais N° 10, 11 et 12).	95
Figure III.36 : Evolution de la teneur en eau en fonction du temps pour différentes vitesses d'air (essais N° 10, 13 et 14).	95
Figure III.37 : Evolution de flux masse évaporée en fonction du temps pour différentes vitesses d'air (essais N° 10, 13 et 14).	96
Figure III.38 : Evolutions des températures de surface et des teneurs en eau au cours de séchage (essais 8 et 9).	97
Figure III.39 : Distribution de la teneur en eau du mélange C.C /C selon l'épaisseur.	97
Figure III.40 : Evolution du coefficient de diffusion global lors des essais 1, 3, 4 et 6 du séchage du liant.	99
Figure III.41 : Evolution du coefficient de diffusion global lors des essais 1, 2, 3 et 4 du séchage des mélanges chanvre/liant.	100
Figure IV.1 : Schématisation des transferts thermique et hydrique dans un matériau poreux.	104
Figure IV.2 : Volume de contrôle en 1-D.	106
Figure IV.3 : Isotherme de désorption du béton cellulaire à 22°C.	107
Figure IV.4 : Evolutions des coefficients de diffusion du béton cellulaire avec la teneur en eau (Lecharpentier, 2002).	108
Figure IV.5 : Cinétique de séchage simulée du béton cellulaire.	109
Figure IV.6 : Flux masse évaporé en fonction du temps.	109
Figure IV.7 : Influence de D_v^w , D_l^w et D_v^T sur la température de surface.	110
Figure IV.8 : Influence de D_v^w , D_l^w et D_v^T sur la température du milieu.	111
Figure IV.9 : Influence de D_v^w et D_l^w sur la teneur en eau moyenne.	112
Figure IV.10 : Influence de D_v^w et D_l^w sur le flux masse évaporée.	112
Figure IV.11 : Schéma du principe d'estimation des paramètres p_i .	114
Figure IV.12 : Sensibilité de la teneur en eau moyenne aux variations des paramètres p_i .	116
Figure IV.13 : Sensibilité de la température de surface aux variations des paramètres p_i .	116
Figure IV.14 : Evolution de la fonction « objectif » au cours des itérations ($\alpha=0,5$).	119
Figure IV.15 : Evolution des paramètres estimés au cours des itérations pour ($\alpha=0,5$).	119
Figure IV.16 : Cinétique de séchage expérimentale du béton cellulaire (Lecharpentier, 2002).	121
Figure IV.17 : Evolution de la fonction « objectif » au cours des itérations ($\alpha=0,5$).	121
Figure IV.18 : Evolution des paramètres estimés au cours des itérations pour ($\alpha=0,5$).	122
Figure IV.19 : Confrontation des cinétiques de séchage expérimentale et simulée du béton cellulaire.	122
Figure IV.20 : Evolution des coefficients de diffusion estimés du béton cellulaire.	122
Figure IV.21 : Sensibilités réduites normalisées de la teneur en eau moyenne (a) et de la température de surface (b) (séchage convectif du béton cellulaire).	124
Figure IV.22 : Confrontation des cinétiques de séchage expérimentale et simulée du béton cellulaire ($\alpha=0,5$).	126
Figure IV.23 : L'évolution des coefficients de diffusion estimés du béton cellulaire.	127
Figure IV.24 : Sensibilité de la température de surface aux variations des conditions de séchage et des propriétés physiques du matériau.	128
Figure IV.25 : Sensibilité de la teneur en eau aux variations des conditions de séchage et des propriétés physiques du matériau.	130
Figure V.1 : Courbes de désorption du liant Tradical® PF80.	133
Figure V.2 : Evolution des paramètres pour un coefficient de pondération de 0,5.	135
Figure V.3 : Evolution des fonctions « objectif » pour un coefficient de pondération de 0,5.	135
Figure V.4 : Confrontation des cinétiques de séchage simulée et expérimentale (durée d'estimation : 93 heures, $\alpha=0,5$).	136
Figure V.5 : Evolution des coefficients de transfert hydrique (durée d'estimation 93 h, $\alpha=0,5$).	137
Figure V.6 : Comparaison des teneurs en eau moyennes simulées et expérimentale ($\alpha=0,5$).	138

Figure V.7 : Comparaison des températures de surface simulées et expérimentale ($\alpha=0,5$).	138
Figure V.8 : Evolution des coefficients de transfert hydrique estimés sur différentes durées de simulation ($\alpha=0,5$).	138
Figure V.9 : Confrontation des cinétiques de séchage expérimentale et simulée (Activité MSF, temps d'estimation de 93 h)	139
Figure V.10 : Comparaison des coefficients de transfert hydrique estimés avec les deux modèles d'activité.	139
Figure V.11 : Comparaison des cinétiques de séchage simulée et expérimentale (essai 6 : $V_{air}=1\text{ m.s}^{-1}$).	140
Figure V.12 : Comparaison des cinétiques de séchage simulée et expérimentale (essai 1 : 0 h, $2,6\text{ m.s}^{-1}$).	141
Figure V.13 : Comparaison des températures de surface simulées et expérimentale (essai 2 : 24 h, $2,6\text{ m.s}^{-1}$).	141
Figure V.14 : Profils des teneurs en eau simulées et expérimentales au bout de 6 et 16 heures de séchage (essai 2 et 7: 24h , $2,6\text{ m.s}^{-1}$)	141
Figure V.15 : confrontation des cinétiques de séchage simulées et expérimentale (essai 1)	142
Figure V.16 : comparaison des coefficients de transfert hydrique estimés – matériaux séchés après la mise en œuvre et après 48h.	142
Figure V.17 : confrontation des cinétiques de séchage simulées et expérimentale (essai 2 : 24h , $2,6\text{ m.s}^{-1}$)	143
Figure V.18 : profil des teneurs en eau simulées et expérimentale au bout de 6 et 16 heures de séchage (essai 2 et 7)	143
Figure V.19 : Courbes de désorption du mélange chanvre / liant introduites dans le modèle.	144
Figure V.20 : Evolution de la fonction « objectif » au cours des itérations ($\alpha=0,5$).	145
Figure V.21 : Evolution des paramètres estimés au cours des itérations ($\alpha=0,5$).	145
Figure V.22 : Confrontation des cinétiques de séchage expérimentale et simulée (mélange C.C/C).	146
Figure V.23 : Coefficients du transfert hydrique estimés du mélange C.C/C (essai 5).	146
Figure V.24 : Evolution de la fonction objectif au cours des itérations ($\alpha=0,5$).	147
Figure V.25 : Evolution des paramètres estimés au cours des itérations ($\alpha=0,5$).	147
Figure V.26 : Comparaison des cinétiques de séchage simulée et expérimentale (essai 2 : C.C/C, 0 h, $2,6\text{ cm}$, $1,2\text{ m.s}^{-1}$).	147
Figure V.27 : Comparaison des cinétiques de séchage simulée et expérimentale (essai 4 : C.C/C, 120 h , $2,5\text{ cm}$, $1,1\text{ m.s}^{-1}$).	147
Figure V.28 : Comparaison des cinétiques de séchage simulée et expérimentale (essai 6 : C.C/C, 0 h, $2,5\text{ cm}$, 2 m.s^{-1}).	148
Figure V.29 : Comparaison des cinétiques de séchage simulée et expérimentale (essai 7 : C.C/C, 0 h, $3,8\text{ cm}$, $2,6\text{ m.s}^{-1}$).	148
Figure V.30 : Confrontation expérience et simulation (essai 8: C.C/C 0h , 1 m.s^{-1} , $29,4^\circ\text{C}$).	148
Figure V.31 : Confrontation expérience et simulation (essai 9: C.C/C 24h , 2 m.s^{-1} , $29,4^\circ\text{C}$).	148
Figure V.32 : Profil des teneurs en eau simulées et expérimentales au bout de 14 h de séchage (essai 8: C.C/C 0h , 1 m.s^{-1} , $29,4^\circ\text{C}$).	149
Figure V.33 : Profil des teneurs en eau simulées et expérimentales au bout de 26 h de séchage (essai 9: C.C/C 24h , 2 m.s^{-1} , $29,4^\circ\text{C}$).	149
Figure V.34 : Comparaison des cinétiques de séchage simulée et expérimentale (essai 1 : C.T/C, 0 h, $2,5\text{ cm}$, $1,2\text{ m.s}^{-1}$).	149
Figure V.35 : Comparaison des cinétiques de séchage simulée et expérimentale (essai 3 : C.T/C, 120 h , $2,5\text{ cm}$, $1,2\text{ m.s}^{-1}$).	149
Figure V.36 : Cinétique de séchage de référence d'un matériau C.C/C.	150
Figure V.37 : Sensibilité de la température de surface aux variations des coefficients de transfert hydrique.	151
Figure V.38 : Sensibilité de la teneur en eau moyenne aux variations des coefficients de transfert hydrique.	151
Figure V.39 : Sensibilité de la température de surface aux variations des conditions de séchage et des propriétés physiques du matériau.	153
Figure V.40 : Sensibilité de la teneur en eau moyenne aux variations des conditions de séchage et des propriétés physiques du matériau.	153

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Les perméabilités à la vapeur et les facteurs de résistance du matériau chanvre/chaux.	49
Tableau II.1 : Proportions massiques de la chaux hydraulique et aérienne dans les deux liants.	55
Tableau II.2 : Composition massique du liant et du mélange chanvre/chaux.	58
Tableau II.3 : Les grandeurs caractéristiques des liants Tradical® PF80 M « état durci ».	60
Tableau II.4 : Grandeurs caractéristiques des liants Tradical® PF80 M « état initial frais ».	62
Tableau II.5 : Modèles des isothermes de sorption.	64
Tableau II.6 : Paramètres des modèles de GAB et de BET.	64
Tableau II.7 : Grandeurs caractéristiques des mélanges chanvre/Tradical® PF80 M.	65
Tableau II.8 : Paramètres des modèles de GAB et de BET.	66
Tableau II.9 : Les masses des échantillons étudiés par micro calorimètre.	69
Tableau II.10 : Chaleur massique à Hr = 0% et T = 25°C.	71
Tableau III.1 : Récapitulatif des instruments de mesure.	77
Tableau III.2 : Récapitulatif des conditions de séchage des échantillons du liant Tradical® PF80 M.	78
Tableau III.3 : Distribution de la teneur en eau initiale du liant Tradical® PF80 M.	85
Tableau III.4 : Récapitulatif des conditions de séchage des mélanges chanvre/Tradical® PF80 M.	87
Tableau III.5 : Récapitulatif des conditions de séchage des mélanges chanvre/Tradical® PF80 M.	94
Tableau III.6 : Distribution de la teneur en eau dans le mélange chanvre/liant PF80.	96
Tableau III.7 : Valeurs des coefficients de transfert par convection (liants PF80).	98
Tableau III.8 : Valeurs des coefficients de transfert par convection (mélange chanvre/liant PF80).	98
Tableau III.9 : Valeurs moyennes du coefficient de diffusion global du liant Tradical® PF80 M.	99
Tableau III.10 : Valeurs moyennes du coefficient de diffusion global des mélanges chanvre/liant.	100
Tableau IV.1 : Propriétés du béton cellulaire.	107
Tableau IV.2 : Expressions des coefficients de transferts hydriques.	107
Tableau IV.3 : Conditions de séchage.	108
Tableau IV.4 : Valeurs des paramètres des coefficients de diffusion pour le calcul des sensibilités.	115
Tableau IV.5 : Matrices de variances.	117
Tableau IV.6 : Matrices de corrélations.	117
Tableau IV.7 : Les valeurs des paramètres à retrouver par inversion.	118
Tableau IV.8 : Paramètres initiaux et estimés «cas théorique du béton cellulaire sans bruit de mesure ».	118
Tableau IV.9 : Paramètres initiaux et estimés «cas théorique avec bruit de mesure ».	120
Tableau IV.10 : Paramètres initiaux et estimés «cas expérimental ».	121
Tableau IV.11 : Matrices de corrélation « béton cellulaire ».	124
Tableau IV.12 : Paramètres initiaux et estimés «béton cellulaire».	125
Tableau IV.13 : Paramètres initiaux et estimés «béton cellulaire»	126
Tableau IV.14 : Conditions aérothermiques et initiales des simulations numériques.	128
Tableau V.1 : Propriétés physiques du liant.	134
Tableau V.2 : Conditions aérothermiques et initiales des simulations.	134
Tableau V.3 : Paramètres initiaux et estimés du liant.	135
Tableau V.4 : Paramètres initiaux et estimés du liant Tradical® PF80.	137
Tableau V.5 : Paramètres initiaux et estimés du liant (courbe d'activité (2)).	138
Tableau V.6 : Paramètres initiaux et estimés du liant Tradical® PF80 (essai 1)	142
Tableau V.7 : Conditions aérothermiques et initiales des simulations (mélange chanvre/liant)	143
Tableau V.8 : Propriétés physiques du mélange chanvre/liant Tradical® PF80	144
Tableau V.9 : Expressions des isothermes de désorption du mélange chanvre/chaux.	144
Tableau V.10 : Paramètres initiaux et estimés du mélange chanvre/liant ($\alpha=0,5$).	145
Tableau V.11 : Paramètres initiaux et estimés du mélange chanvre / liant (courbe d'activité (2) et (3)).	146
Tableau V.12 : Conditions aérothermiques et initiales des simulations numériques	150

Nomenclature

a_w	activité de l'eau	%
C, K, W_{hyg}	paramètres du modèle de GAB	-
C_p	chaleur spécifique	$J.kg^{-1}.K^{-1}$
D	coefficient de diffusion	$kg.m^{-1}.s^{-1}$
E_a	énergie d'activation	$J.kg^{-1}$
e	épaisseur	m
F_m	flux masse d'eau évaporée	$kg.m^{-2}.s^{-1}$
H_r	humidité relative	%
h_c	coefficient d'échange de chaleur par convection	$W.m^{-2}.K^{-1}$
h_r	coefficient d'échange par rayonnement	$W.m^{-2}.K^{-1}$
K	taux volumique de changement de phase	$kg.m^{-3}.s^{-1}$
K	perméabilité intrinsèque	m^2
k_m	coefficient de transfert de masse	$m.s^{-1}$
k_{rl}	perméabilité relative à la phase liquide	-
k_{rg}	perméabilité relative à la phase vapeur	-
Le	nombre de Lewis	-
L_v	chaleur latente de vaporisation de l'eau	$J.kg^{-1}$
M	masse molaire	$kg.mol^{-1}$
m	masse	kg
P_c	pression capillaire	Pa
Pr	nombre de Prandtl	-
P_t	pression atmosphérique	Pa
$P_{v\infty}$	pression partielle de vapeur d'eau	Pa
P_{vsat}	pression de vapeur saturante	Pa
R	constante des gaz parfaits	$J.mol^{-1}.K^{-1}$
Re	nombre de Reynolds	-
S	surface	m^2
Sc	nombre de Schmidt	-
T	température	$^{\circ}C$
T_{air}	température d'air	$^{\circ}C$
t	temps	s
V	vitesse	$m.s^{-1}$
W	teneur en eau en base sèche	$kg.kg^{-1}$
W_{sat}	teneur en eau de saturation	$kg.kg^{-1}$
W_{hyg}	teneur en eau hygroscopique	$kg.kg^{-1}$
x	coordonnée spatiale	m

Symboles grecs

ε	porosité / tolérance sur la fonction « objectif »	-
ζ	émissivité	-
λ	conductivité thermique	$W.m^{-1}.K^{-1}$
λ^*	conductivité thermique apparente	$W.m^{-1}.K^{-1}$

μ	facteur de perméabilité à la vapeur	-
μ_l	viscosité dynamique de l'eau	Pa.s
ρ	masse volumique	kg.m ⁻³
σ	constante de Stephan-Boltzmann	W.m ⁻² .K ⁻⁴

Indices et exposants

a	air
atm	atmosphérique
eq	équivalent
exp	expérience
i	initial
f	film
hyg	hygroscopique
g	gaz
l	liquide
s	solide / sec
sat	saturation
sim	simulation
v	vapeur
0	initial
*	adimensionné

Opérateurs mathématiques

Δ	différence
∇	opérateur gradient
$\nabla \cdot$	opérateur divergence

Introduction

Dans le contexte du développement durable, le secteur du bâtiment connaît deux évolutions majeures : la réduction de la consommation énergétique et le recours à de nouveaux matériaux à faibles impacts environnementaux (éco-matériaux) en remplacement des matériaux classiques (parpaings en béton, polystyrène, laine de verre...). C'est ainsi que les labels de construction « Bâtiment Basse Consommation BBC » et « Haute Qualité Environnementale HQE » s'imposent, tant pour des constructions publiques que privées. Depuis quelques années de nouvelles entreprises fabriquent, mettent en œuvre et préconisent l'utilisation de matériaux à base d'agro-ressources tels que le béton de chanvre, la laine de chanvre ou de lin, le liège... Néanmoins des interrogations demeurent tant au niveau de la fabrication de ces matériaux (optimisation, composition) que de leur mise en œuvre dans les constructions.

Dans le cadre de cette thèse, on s'intéresse à la phase de séchage de bétons légers ou d'enduits qui sont obtenus en mélangeant : un liant à base de chaux, des particules végétales et de l'eau. Le liant est composé soit de chaux hydraulique, soit de chaux aérienne ou d'un mélange des deux. L'utilisation de ce type de matériaux dit « bio-sourcés » est en forte croissance pourtant la fabrication reste artisanale. Le passage à une phase industrielle nécessite d'optimiser et de contrôler la fabrication (composition, séchage, carbonatation, résistance mécanique,...). (Escadeillas, 2006 ; Hustache *et* Arnaud, 2008).

Depuis une dizaine d'années, de nombreux travaux scientifiques ont été menés sur ces produits afin de connaître l'influence des formulations et des procédés de mise en œuvre sur les propriétés en usage : thermiques, hydriques et mécaniques. On peut entre autres citer les travaux d'Arnaud (2000), Arnaud *et al* (2000), Elfordy *et al.* (2008), Collet (2004), Bütschi (2004), Cerezo (2005), Samri (2008), Evrard (2008) et Nguyen (2010).

Une étude bibliographique montre que la phase de séchage, essentielle dans la mise en œuvre de ces matériaux, a été peu abordée (Evrard, 2008 ; Samri, 2008 ; Zaknounge *et al.*, 2008 ; Glouannec *et al.*, 2010 ; Zaknounge *et al.*, 2010, Zaknounge *et al.*, 2011). Au jeune âge et au contact d'un environnement variable en humidité et en température, les phénomènes de transfert thermique et hydrique peuvent perturber les cinétiques réactionnelles de prise du liant, ces dernières consomment de l'eau (formant l'eau chimiquement liée) et génèrent de la chaleur, ce qui peut altérer le développement des propriétés physiques et mécaniques des matériaux. Ainsi, une exposition à un air trop sec provoque un séchage certes rapide mais empêche une bonne prise du liant. Dans ce cas, on aboutit alors à un phénomène de croûtage et l'intérieur du matériau perd sa cohésion. A l'inverse, un air trop humide conduit à des temps de séchage longs.

Les études menées durant cette thèse ont pour objectif de disposer d'un modèle permettant de prédire les cinétiques de séchage de ces matériaux dans des conditions d'ambiance variables. Il s'agit de matériaux capillaro-poreux hygroscopiques. Pour alimenter ce modèle, il est nécessaire de disposer des propriétés hydriques des matériaux. Actuellement, certaines techniques existent. Elles nécessitent des durées d'expérimentation très longues et sont mal adaptées à des matériaux fortement hétérogènes. En effet, afin d'obtenir des grandeurs réalistes, les échantillons doivent avoir une taille minimum (volume élémentaire représentatif) ce qui, lors des mesures, induit au sein du matériau des gradients de teneur en eau. La diffusivité massique obtenue correspond à une valeur moyenne et non locale. Pour pallier ces différents handicaps, une des solutions est le recours aux méthodes inverses. Ces méthodes consistent à comparer des mesures expérimentales (préalablement déterminées) à des résultats simulés obtenus à partir d'un modèle de connaissance. L'exploitation d'un algorithme d'optimisation permet alors d'estimer les valeurs des paramètres par la minimisation d'un critère d'erreur entre valeurs « simulées » et « expérimentales » (Kreith, 2003). On trouve dans la littérature scientifique quelques auteurs (Dietl *et al.*, 1998 ; Dantas *et al.*, 2002 ; Dantas *et al.*, 2003 ; Coles *et* Murio, 2006 ; Allanic *et al.*, 2009) qui ont utilisé avec succès les méthodes inverses pour déterminer des paramètres inconnus d'un modèle de transfert de chaleur et de masse tels que les coefficients de diffusion massique mais ces travaux restent encore marginaux. La démarche scientifique développée ici a consisté à s'appuyer sur les cinétiques expérimentales et numériques de séchage afin d'évaluer ces coefficients de diffusion.

Le premier chapitre de ce mémoire est consacré à une étude bibliographique. Après une introduction aux matériaux capillaro-poreux hygroscopiques, les principaux mécanismes physiques intervenant lors du séchage de produit supposé indéformable sont décrits. Dans une seconde partie, on met l'accent sur le contexte scientifique du travail en s'attardant sur la modélisation des transferts thermohydriques au sein de ces matériaux capillaro-poreux et proposant une synthèse des différentes formes des coefficients de transfert hydrique et des méthodes expérimentales et numériques qui permettent leurs obtentions. La dernière partie est consacrée aux matériaux, objets de ce travail. Une synthèse bibliographique des connaissances actuelles concernant ces matériaux à base de chanvre est présentée.

Le deuxième chapitre présente les matériaux, les protocoles d'élaboration des formulations liants et mélange chanvre/chaux et les techniques de caractérisation utilisées afin d'obtenir leurs propriétés hydriques et thermiques.

Dans le troisième chapitre, des essais réalisés sur des liants et des mélanges de chanvre/chaux sont présentés. A l'issue de leur mise en œuvre, les cinétiques expérimentales de séchage obtenues sous différentes conditions aérothermiques (température, humidité et vitesse d'air) et pour différentes conditions initiales (température et teneur en eau du produit) sont analysées pour bien appréhender le comportement thermo-hydrique de ces matériaux.

Le quatrième chapitre décrit les différentes étapes de l'estimation des paramètres hydriques par méthode inverse. Cette estimation est réalisée sur un matériau capillaro-poreux dont on connaît les propriétés physiques : le béton cellulaire. Des simulations numériques ont été effectuées afin d'évaluer la précision, la stabilité et la pertinence de ce type de caractérisation pour un matériau hygroscopique.

Le dernier chapitre est consacré à l'application de la méthode d'estimation par technique inverse sur des cinétiques de séchage expérimentales des matériaux à base de chanvre (liant et chanvre/liant). Des simulations pour différentes conditions expérimentales sont proposées et confrontées avec l'expérience. Une étude de sensibilité des différents paramètres du modèle est réalisée.

CHAPITRE 1 :
ELEMENTS BIBLIOGRAPHIQUES

I. Eléments bibliographiques

Le séchage est la plus vieille opération ayant pour but d'évacuer, par évaporation (séchage thermique) ou par compression, filtration... (séchage mécanique),... un ou plusieurs solvants volatils contenus dans un matériau. Il est employé dans des domaines très variés (agro-alimentaire, papeterie, matériaux de construction, bois, industrie textile, etc.).

D'un point de vue physique, le séchage résulte d'un transfert simultané de chaleur, de masse et de quantité de mouvement aussi bien au sein du matériau à sécher qu'à l'interface entre le produit et son environnement. Pour être efficace, tout procédé de séchage doit tenir compte de la nature, de l'état et des caractéristiques spécifiques des produits et obéir à des critères tels que la qualité du produit et les coûts de l'opération.

Le volume de publication apparu annuellement sur la modélisation du séchage de différents matériaux indique que le processus fondamental du séchage n'est pas complètement maîtrisé et que le développement des propriétés physico-chimiques du matériau durant le séchage joue un rôle important dans la détermination des mécanismes de transferts thermique et hydrique au sein du matériau.

La première partie de ce chapitre est consacrée à l'analyse et à la modélisation des phénomènes intervenant lors du séchage d'un matériau capillaro-poreux hygroscopique. La compréhension des processus passe par l'étude préalable des modes de fixation de l'eau dans le matériau. Une fois les bases physiques posées, on s'intéresse au développement du modèle qui est utilisé dans la suite de ce travail pour décrire le comportement hygrothermique d'un produit capillaro-poreux hygroscopique non déformable et non saturé.

I.1 Milieux poreux : définitions et grandeurs

Le terme « milieu poreux » est utilisé pour décrire un matériau constitué d'agrégats d'éléments solides entre lesquelles les vides forment l'espace poreux. La présence de fluide dans le réseau poreux, même en faibles quantités, induit de grandes différences de comportement physique du matériau. La géométrie des pores et la distribution de leurs tailles influencent directement les mouvements des fluides et conditionnent la nature des interactions fluide – solide.

Généralement, on distingue trois types de pores (I.U.P.A.C, 1994) :

- les macropores dont le diamètre est supérieur à 50 nm ;
- les mésopores dont le diamètre est compris entre 2 et 50 nm ;
- les micropores dont le diamètre est inférieur à 2 nm.

Suivant la distribution de tailles des pores, on peut diviser les matériaux poreux en deux catégories :

- Les matériaux à porosité nanométrique pour lesquels les mécanismes de fixation et de migration des fluides sont difficiles à décrire à cette échelle. Dans cette catégorie, on trouve une grande partie des produits agro-alimentaires.
- Les matériaux capillaro-poreux dont les pores ont des dimensions supérieures, et pour lesquels le mouvement des fluides au niveau du réseau poreux relève des équations classiques des milieux continus, l'équilibre entre les phases liquide et gazeuse étant décrit par les lois de capillarité (Laplace - Kelvin). Ce type de matériaux est à son tour divisé en deux catégories :
 - les matériaux hygroscopiques caractérisés par une grande surface spécifique, traduit par une adsorption surfacique relativement importante par rapport à la saturation.
 - les matériaux non-hygroscopiques pour lesquelles la quantité d'eau adsorbée en surface du solide est négligeable devant l'eau fixée à son milieu par l'effet capillaire.

Il est plutôt difficile de décrire la structure microscopique du pore d'une façon exacte en raison de sa géométrie complexe. La caractérisation de la porosité et la distribution de la taille des pores peut être accomplie par des méthodes expérimentales indirectes telles que l'analyse d'image 2D ou 3D (tomographie X), la porosimétrie à mercure ou encore les méthodes d'adsorption d'azote (Dullien, 1992 ; Collet, 2004). Il convient de noter que ces méthodes ne fournissent pas des résultats identiques en raison des différentes hypothèses faites pour interpréter les données expérimentales. Pour les matériaux de construction, la taille des pores peut s'étendre de quelques micromètres à quelques millimètres et la structure de pore est souvent corrélée avec la distribution de taille des granulats.

Du point de vue macroscopique, trois grandeurs caractéristiques du milieu poreux sont définies :

- la porosité, définie par :

$$\varepsilon = \frac{\text{Volume des pores}}{\text{Volume total}} \quad (\text{I.1})$$

- la masse volumique apparente à l'état anhydre

$$\rho_s = \frac{\text{Masse du solide}}{\text{Volume apparent}} \quad (\text{I.2})$$

- et la teneur en eau massique en base sèche

$$W = \frac{\text{Masse d'eau}}{\text{Masse du solide}} \quad (\text{I.3})$$

La détermination expérimentale de la masse volumique apparente et de la teneur en eau consiste à substituer la masse du solide par la masse du matériau sec.

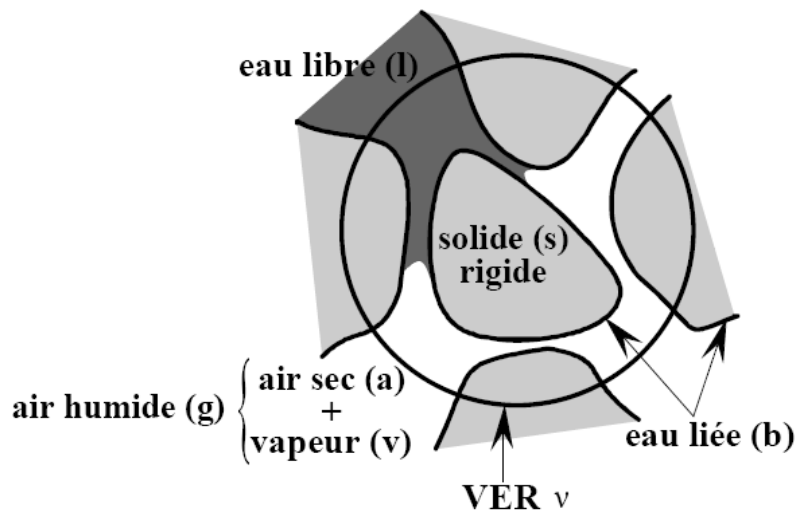


Figure I.1 : Représentation schématique de l'état de l'eau dans un milieu poreux.

En référence à la Figure I.1, on considère que le milieu poreux est constitué de trois phases : une phase solide indéformable, une phase liquide composée de l'eau libre et de l'eau liée à la matrice solide par des forces intermoléculaires et d'une phase gazeuse constituée d'air et de vapeur d'eau.

La coexistence de l'eau et de l'air dans le réseau poreux est le siège de différentes interactions entre les fluides et la matrice poreuse. Ces interactions se résument en deux phénomènes physiques : la sorption et la condensation capillaire. Chacun correspond à un mode de fixation des molécules qui n'intervient que pour des humidités relatives bien définies.

I.1.1 L'adsorption et la désorption

L'adsorption est l'accumulation d'eau dans un matériau hygroscopique par contact avec l'humidité de l'air environnant. L'eau, avec son caractère mouillant, peut s'adsorber en surface de la phase solide sous l'effet de deux types de forces d'interactions donnant lieu à une adsorption chimique ou physique.

L'adsorption chimique se fait par un échange d'électrons entre la surface du solide et les molécules d'eau. Comme dans le cas d'une réaction chimique, l'eau chimiquement adsorbée fait partie de la structure du milieu, son extraction peut modifier les propriétés mécaniques du solide. Dans l'adsorption physique, les interactions entre les molécules d'eau et la surface du solide sont moins fortes que celles d'une sorption chimique. Elles sont soumises à des forces de Van der Waals dues aux interactions entre les moments dipolaires électriques des deux phases (les groupements hydrophiles du solide et les molécules d'eau). Ces forces sont qualifiées de courtes, étendues et intenses mais ne peuvent conduire à un état stable. Les molécules d'eau adsorbées agissent sur leurs voisines et subissent réciproquement des forces d'interactions pour former une monocouche recouvrant la surface externe des pores accessibles du solide. Les molécules d'eau présentes dans la monocouche constituent des sites d'attraction pour de nouvelles molécules en formant de nouvelles couches qu'on appelle

« adsorption en multicouche ». L'eau adsorbée physiquement peut être enlevée ou transférée sans apporter de changement dans la structure ou la composition chimique du solide.

Les isothermes d'adsorption/désorption peuvent être déduites expérimentalement en mettant le matériau en équilibre thermodynamique avec une ambiance à température constante dont on sait contrôler la pression de vapeur. Cette dernière peut être imposée par l'intermédiaire des solutions salines saturées. On peut la faire varier en modifiant les solutions et, par là, l'équilibre thermodynamique entre l'eau liquide et la vapeur de l'air ambiant. Ainsi, on déduit une isotherme de sorption qui est une courbe d'évolution de la teneur en eau en fonction de l'humidité de l'air.

En se basant sur les travaux de Brunauer *et al.* (1940), l'I.U.P.A.C. (International Union of Pure and Applied Chemistry, 1985) classe les isothermes d'adsorption en six catégories différentes (Figure I.2).

Le type I correspond à une adsorption en monocouche, dite de Langmuir (1918). Les autres isothermes traduisent la sorption en multicouche. Les types II et III sont spécifiques aux solides possédant des pores de diamètres supérieurs à 500 Å (macropores), alors que les isothermes de type IV et de type V correspondent à des solides avec un diamètre de pores compris entre 20 et 500 Å (mésopores). Les isothermes de désorption de ces deux dernières présentent souvent une hystérésis liée à la condensation capillaire. Le type VI est spécifique à l'adsorption sur une surface non poreuse.

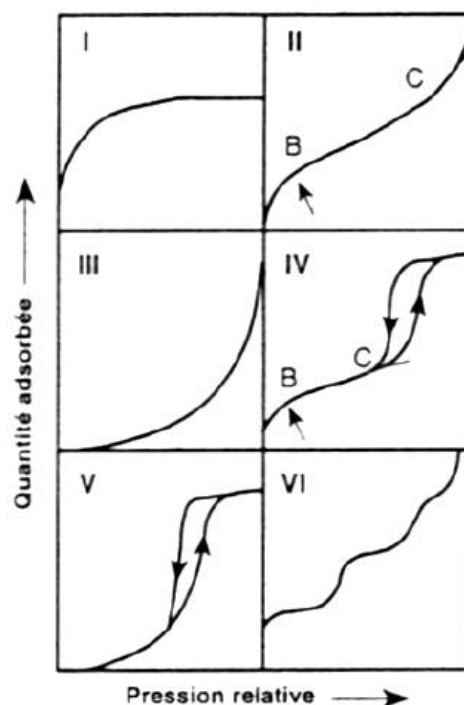


Figure I.2 : Classification des isothermes d'adsorption selon l'I.U.P.A.C. (1985).

Les isothermes de sorption sont souvent accompagnées d'une hystérésis. Ce phénomène est fortement dépendant de la géométrie des pores et de la différence de mouillabilité en adsorption et en désorption. Les différentes formes d'hystérésis sont classées par l'I.U.P.A.C.

en 4 catégories (*Figure I.3*). Dans le cas où le matériau présente une hystérésis faible, la courbe d'adsorption est suffisante pour caractériser le domaine de sorption. Tandis que pour une hystérésis plus accentuée, la prise d'une moyenne entre l'adsorption et la désorption peut être représentative du comportement hydrique des matériaux.

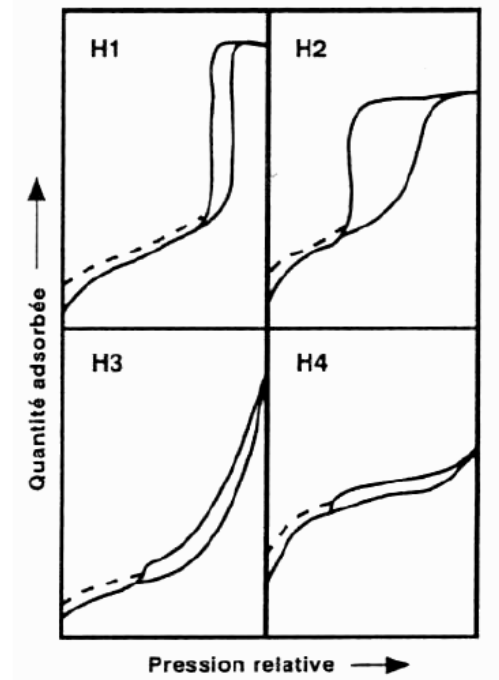


Figure I.3 : Classification des boucles d'hystérésis selon l'I.U.P.A.C. (1985).

D'après Baroghel-Bouny (1994), les isothermes de sorption des matrices cimentaires sont souvent accompagnées d'un effet hystérésis assez large de type H2 pour des humidités relatives supérieures à 33%.

I.1.2 La condensation capillaire / Capillarité

Quand un matériau capillaro-poreux est exposé à une teneur en eau supérieure à la teneur en eau d'adsorption maximale, la condensation capillaire apparaît. Ce phénomène assure la transition entre le transfert de l'eau sous forme vapeur et le transfert sous forme liquide. Sa compréhension permet de mieux appréhender les relations qui existent entre la structure du réseau poreux et la présence d'eau sous une forme ou une autre, ainsi que l'hystérésis entre l'isotherme d'adsorption et l'isotherme de désorption qu'on a pu observer sur la figure I.3. Les interactions entre l'eau adsorbée et l'air rendent les molécules d'eau à l'interface plus agitées que celles qui sont à l'intérieur, ce qui implique la formation d'un ménisque. Lorsque l'épaisseur d'eau devient plus importante par rapport au rayon de courbure de ménisque, des ponts de liquide peuvent se former entre deux surfaces opposées. Les interactions entre les molécules d'eau deviennent plus importantes que l'influence qu'exercent les sites polaires du solide. L'eau est maintenue au sein du solide par des forces dites capillaires. Ce phénomène intervient pour des humidités relatives très élevées. Actuellement, il n'existe pas de moyen expérimental fiable qui permet de déterminer avec une très grande précision l'humidité

relative au-delà de 95%. Il n'est donc pas possible d'avoir un suivi de l'isotherme d'adsorption sur l'intervalle d'humidité de 95% - 100%.

A l'échelle d'un volume représentatif de matériau, la pression capillaire est inversement proportionnelle au degré de saturation. L'invasion capillaire est l'une des méthodes expérimentales qui permet de déterminer la courbe de pression capillaire des matériaux fortement perméables. Dans le cas des matériaux peu perméables, comme les bétons, cette méthode trouve très rapidement ses limites à mesure que la saturation en eau liquide décroît, la pression à exercer devient trop élevée.

I.1.3 Mécanismes de transfert d'eau dans un matériau capillaro-poreux

Les différents mécanismes de transport d'eau à l'échelle de pore sont présentés sur la figure I.4. Le mouvement de l'eau tel qu'il ait décrit par Rose (1963) peut avoir lieu sous forme gazeuse ou sous forme liquide. Les deux phases peuvent également coexister et échanger des molécules. Ces mécanismes de transport d'eau sont dépendants de la teneur en eau du matériau, de la structure des pores et des conditions aérothermiques environnantes.

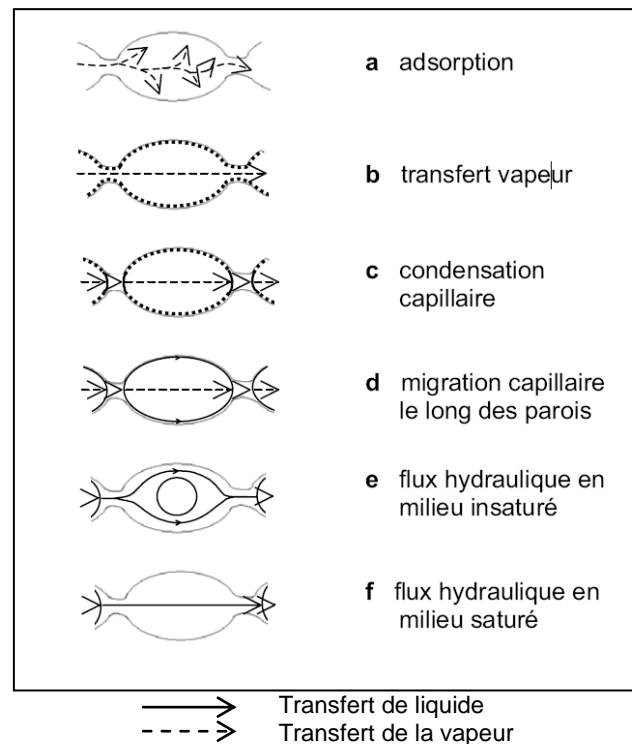


Figure I.4 : Mouvements de l'eau dans un pore pour différentes teneurs en eau d'après Rose (1963).

En résumé, pour des faibles humidités relatives, le transfert de la vapeur s'effectue essentiellement par diffusion sous l'effet du gradient de concentration (étape a). Lorsque l'humidité augmente, la couche d'eau adsorbée sur les parois des pores devient plus épaisse et la surface disponible à la diffusion rétrécie (étape b). Pour des humidités relatives élevées, la condensation capillaire se forme par la jonction des couches plurimoléculaires dans les pores les plus étroits (étape c) et progressivement le transport d'eau par succion capillaire devient

dominant (étape d). Finalement, les chemins de l'écoulement du liquide croissent pour remplir la plupart des pores (étapes e et f).

Les différents mécanismes de transferts d'eau au sein d'un matériau sont maintenant décrits.

I.1.3.1 Transfert en phase vapeur

Le transfert de la vapeur d'eau est la conséquence d'une différence de pression partielle au sein du matériau. En utilisant le facteur de Knudsen (équation I.4), qui est le rapport du libre parcours moyen « L » de la molécule d'eau sur le diamètre moyen du pore « d », il est possible de distinguer deux mécanismes de transport de la vapeur d'eau : l'effusion et la diffusion moléculaire libre.

$$K_n = \frac{L}{d} \quad (I.4)$$

Pour des pressions partielles de vapeur faibles et un facteur de Knudsen important ($K_n > 10$), la vapeur d'eau peut être considérée comme constituée de molécules libres dont le mouvement est gouverné par les collisions entre ces molécules et les parois du réseau poreux. Ce phénomène est appelé effusion. Il se produit uniquement dans les micropores.

Pour un facteur de Knudsen très faible ce qui correspond à un diamètre de pore important, le transport d'eau est marqué par la collision des molécules d'eau entre elles donnant lieu à ce qu'on appelle la diffusion moléculaire de la vapeur.

Les matériaux de construction capillaro poreux sont caractérisés par une large distribution de la taille des pores. De ce fait, la séparation entre la diffusion et l'effusion est à peine possible, un seul coefficient de diffusion est suffisant pour décrire les deux mécanismes (équation I.5) : (Krus, 1996).

$$D_v^w = -\mu f D_0 \frac{M_a M_v}{MRT} \frac{\partial P_v}{\partial W} \quad (I.5)$$

où D_0 est le coefficient de diffusion binaire de la vapeur dans l'air exprimée par l'équation empirique I.6 de Schirmer (1938) et M la mass molaire équivalente du mélange vapeur / air exprimée par l'équation I.7 :

$$D_0 = 2,17 \cdot 10^{-5} \left(\frac{P_0}{P_T} \right) \left(\frac{T}{273,15} \right)^{1,88} \quad (I.6)$$

$$M P_g^s = M_a P_a^s + M_v P_v^s \quad (I.7)$$

μf est un facteur de perméabilité de la phase vapeur. Il est analogue à la perméabilité relative qui prend notamment en compte la réduction de l'espace offert au gaz pour diffuser avec l'augmentation de la saturation en eau liquide et l'effet de la tortuosité (géométrie de l'espace poreux et sa proportion par rapport à la porosité totale). (Coussy *et al.*, 2000).

Au cours du séchage, la vapeur d'eau peut se déplacer des zones les plus froides vers les zones les plus chaudes sous l'effet de gradients de température ; le coefficient de transfert de la phase vapeur peut donc s'exprimer par une équation de forme I.8.

$$D_v^T = -\mu f D_0 \frac{M_a M_v}{MRT} \frac{\partial P_v}{\partial T} \quad (I.8)$$

I.1.3.2 Transfert en phase liquide

On distingue deux modes de transfert de la phase liquide : la diffusion surfacique et la capillarité.

➤ Diffusion surfacique

En présence d'un gradient d'humidité, le transfert de masse peut avoir lieu par mouvement du film liquide sur les parois des pores sous l'effet de la différence d'épaisseur des couches de film. Le mouvement du liquide par diffusion surfacique est d'une importance considérable pour des taux d'humidité supérieur à 50% (Rose, 1963). On peut supposer que le flux de masse par diffusion surfacique est proportionnelle au gradient d'épaisseur du film et donc au gradient de la teneur en eau. Il s'agit ainsi d'un transport par diffusion qui peut être décrit par l'équation de Fick.

➤ Transfert par capillarité

Le phénomène de capillarité évoqué dans le paragraphe 1.1.2 joue un rôle important dans le transfert interne de l'eau dans les milieux capillaro poreux. En appliquant le modèle des capillaires cylindriques, il est possible d'expliquer la formation des gradients de teneur en eau, le mouvement du liquide dans le capillaire est accéléré par la force capillaire jusqu'à ce qu'un équilibre soit atteint entre la force d'attraction capillaire et la résistance à l'écoulement. Dans le cylindre capillaire, la force d'attraction capillaire peut être considérée proportionnelle à l'inverse du rayon du pore (équation I.8). Cependant, la résistance à l'écoulement est proportionnelle à l'inverse du carré du rayon (loi de Hagen-Poiseuille) :

$$P_c = \frac{2\sigma \cos \theta}{r} \quad (I.9)$$

I.2 Modélisation d'un problème de séchage

Les premières études sur le séchage considèrent que le transport de l'eau est purement diffusif (Lewis, 1921 ; Sherwood, 1929). Ces théories se ressemblent sur le fait que le flux d'eau évaporée est proportionnel au gradient de teneur en eau (analogie avec la seconde loi de Fick appliquée aux systèmes monophasés). Les propriétés du matériau et les interactions eau-solide sont rassemblées dans la diffusivité massique effective qu'on peut déterminer expérimentalement à partir de la pente de la période de ralentissement (Chirife, 1983 ; Andrieu *et* Stamatopoulos, 1986). Quelques années plus tard, Comings *et* Sherwood (1934) attribuent le transport de liquide lors du séchage de matériaux poreux à la capillarité (loi de Darcy). Ceaglske *et* Hougen (1937) ont montré les limites de l'utilisation du concept de diffusion de liquide et ils ont affirmé que le transport d'eau est induit par des gradients de pression dans les solides granulaires.

En 1939, Henry explique la migration de l'eau en phase gazeuse dans le coton et propose une autre théorie, celle de l'évaporation-condensation. Cependant, ces théories apparaissent rapidement comme insuffisantes car elles restent acceptables que dans des cas particuliers, certains résultats expérimentaux prouvent la prédominance de la théorie de transfert en phase liquide et d'autres la prédominance de la phase vapeur.

Ce n'est qu'en 1954 que les travaux de Rollins, Spangler et Kirham montrent que le transfert de l'eau dans la matrice solide est multiphasé plutôt que monophasé. A partir de cette avancée, Krischer (1957) et Philip *et* De Vries (1957) développent des modèles mathématiques complets en faisant apparaître le couplage entre le transfert de chaleur et le transfert de matière dans le cas des solides rigides. Luikov (1966) a appliqué la thermodynamique des phénomènes irréversibles pour modéliser le transfert couplé de chaleur et de matière dans un milieu poreux. Il est ainsi le premier à mettre en évidence l'effet de la température sur le transfert de l'humidité (thermodiffusion). Par ailleurs, des contributions significatives pour la compréhension et la mise en équation du transfert par capillarité viennent de Whitaker (1977), qui développe la notion du volume élémentaire représentatif (VER) pour décrire à l'échelle macroscopique le transfert multiphasé dans les milieux poreux. Une évolution du modèle proposé par Whitaker fut apportée par Moyne (1987), avec l'intégration de l'équation de la pression totale de la phase gazeuse dans le système, permettant ainsi de prendre en compte l'influence du gradient de pression totale dans le cas de séchage à haute température.

En se basant sur l'approche macroscopique, plusieurs modèles mathématiques ont été formulés (Hall, 1980 ; Kießl, 1983 ; Kohonen, 1984 ; Waananen *et al.*, 1993 ; Courivaud, 1993 ; Kunzel, 1995 ; Carmeliet *et al.*, 1999 ; Lecharpentier, 2002 ; Hagentoft *et al.*, 2004) et un certain nombre de codes de calcul ont été développés en se focalisant sur les méthodes de résolution numérique des équations qui régissent le processus de séchage afin d'identifier des techniques de résolution qui peuvent mener au développement d'un code de simulation plus efficace (Perré *et* Degiovanni, 1990 ; Perré *et* Moyne, 1991 ; Turner, 1993 ; Turner *et* Perré, 1995 ; Courivaud., 1993).

I.2.1 Cinétique de séchage convectif : phases de séchage

La cinétique de séchage est caractérisée en utilisant la courbe de flux masse d'eau évaporée, initialement proposés par Van Meel (1958). La courbe peut être divisée en trois principales périodes (figure I.5), la période de mise en régime, l'évaporation à flux constant puis le ralentissement.

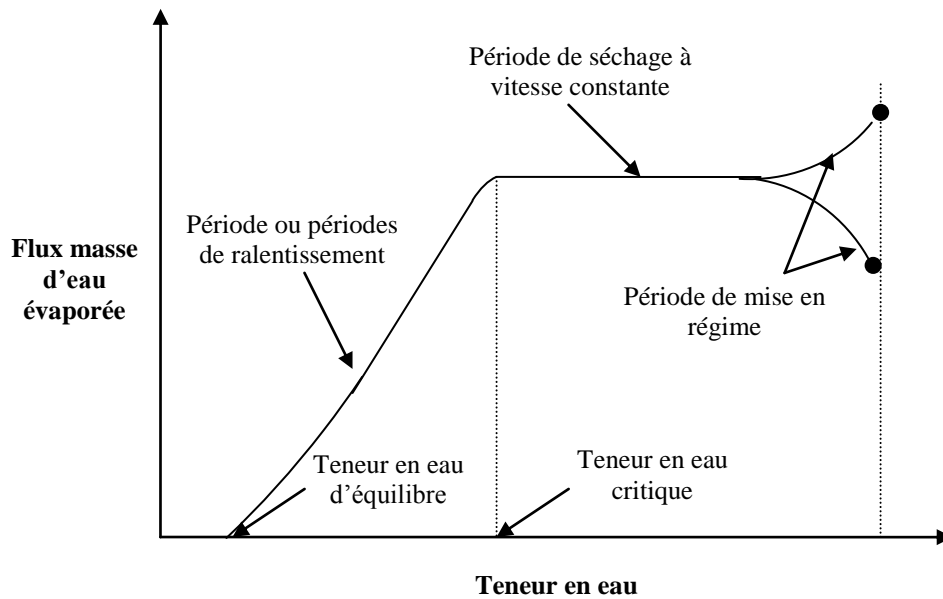


Figure I.5 : Courbe caractéristique de la cinétique de séchage d'un matériau capillaro-poreux.

I.2.1.1 Période de mise en régime

Dans le cas où la température initiale du matériau est inférieure à la température de bulbe humide, la quantité de chaleur apportée par l'air durant la période de mise en régime contribue à élever la température du matériau tout en évaporant une certaine quantité d'eau jusqu'à ce que l'apport d'énergie compense exactement l'énergie nécessaire au passage de l'eau de l'état liquide à l'état vapeur. Dans le cas inverse, la période de mise en régime se caractérise par une baisse de température du produit pour atteindre la température humide de l'air et ainsi par une diminution du flux d'eau évaporée pour se stabiliser durant la période de séchage à vitesse constante.

I.2.1.2 Période de séchage à vitesse constante

La période de séchage à vitesse constante est principalement contrôlée par les paramètres externes (humidité relative, température, vitesse d'air). L'eau est acheminée en flux continu vers la surface du produit où les échanges se font par évaporation. Cette période continue à exister tant que la surface est alimentée en eau de l'intérieur par effet capillaire. Keey (1980) considère cette définition insuffisante puisque il existe des produits qui ne présentent pas une période de séchage à vitesse constante strictement dit. Cette idée classique que la période de séchage à vitesse constante est caractérisée par une surface entièrement couverte d'une couche mince d'eau est donc contredite dans le travail de Schlunder (1990). Il montre que cette période pourrait exister même à des teneurs en eau très faibles quand la surface du solide est partiellement couverte d'eau en se référant à la diffusion de Knudsen (paragraphe I.1.3.1). Il montre également que même pour une surface sèche à 99,9%, la période de séchage à vitesse constante pourrait exister à condition que la taille des pores soit du même ordre de grandeur que le libre parcours moyen des molécules d'eau.

I.2.1.3 Périodes de ralentissement

Contrairement à la période de séchage à vitesse constante, le séchage durant les périodes de ralentissement est principalement contrôlé par le mouvement de l'eau à l'intérieur du réseau poreux. Les périodes de ralentissement sont généralement observées à la fois pour les matériaux hygroscopiques et non hygroscopiques (Treybal, 1981).

La première période est supposée dépendante de transfert interne et surfacique de masse, elle débute lorsque l'eau dans le cœur alimente d'une manière insuffisante la surface du produit. L'humidité en surface diminue jusqu'à atteindre le domaine hygroscopique et le front d'évaporation se déplace vers l'intérieur du matériau. La deuxième période de ralentissement est dépendante entièrement de la résistance de transfert de masse interne. L'allure de la cinétique de séchage est, à ce moment, régie par les propriétés physiques du matériau et le flux masse d'eau évaporée diminue considérablement pour que le matériau se mette progressivement en équilibre avec l'environnement.

I.2.2 Modélisation des mécanismes liés aux transferts de chaleur et de matière

La mise en équation des phénomènes de transfert de chaleur et de masse dans les matériaux capillaro-poreux hygroscopiques, particulièrement, les matériaux de construction, s'inspire des équations classiques de la mécanique des milieux continus. Elle se base sur la loi de Fick, exprimant la diffusion moléculaire de la vapeur, sur la loi de Darcy décrivant la filtration de la phase liquide, et sur la loi de Fourier permettant d'exprimer la diffusion de la chaleur par conduction. Dans cette partie, nous allons exposer la démarche effectuée par Moyne (1987) et reprise par Courivaud (1993) et Lecharpentier (2002) en se basant sur le travail de Whitaker (1977) pour aboutir à un système d'équations différentielles régissant les transferts couplés de chaleur, de masse lors du séchage d'un matériau poreux indéformable. Les hypothèses suivantes sont retenues au cours de la formulation du modèle :

- Le milieu étudié est constitué de trois phases : solide, liquide et gazeuse ;
- La phase solide est macroscopiquement homogène, indéformable et isotrope ;
- La phase gazeuse est un mélange idéal de gaz parfaits, l'air sec et la vapeur d'eau ;
- La pression totale de la phase gazeuse est prise égale à la pression atmosphérique ;
- Les effets de la gravité sont négligés.

I.2.2.1 Equation de conservation de masse

Les équations de conservation de masse sont écrites pour chaque fluide existant dans le milieu poreux en prenant en compte les hypothèses suivantes : la phase gazeuse est un mélange parfait de deux constituants, l'air sec et la vapeur d'eau et, la phase liquide contient l'eau libre et l'eau physiquement liée.

- Pour la phase liquide :

$$\frac{\partial \bar{\rho}_l}{\partial t} + \nabla(\bar{\rho}_l \bar{V}_l) = -K \quad (\text{I.10})$$

▪ Pour la vapeur dans la phase gazeuse :

$$\frac{\partial \bar{\rho}_v}{\partial t} + \nabla(\bar{\rho}_v \bar{V}_v) = K \quad (\text{I.11})$$

▪ Pour l'air sec dans la phase gazeuse :

$$\frac{\partial \bar{\rho}_a}{\partial t} + \nabla(\bar{\rho}_a \bar{V}_a) = 0 \quad (\text{I.12})$$

Dans ces équations de conservation de masse, ρ_i et V_i désignent respectivement la masse volumique et la vitesse du constituant i . Le terme K représente le taux volumique de changement de phase qui correspond à la masse d'eau qui s'évapore par unité de volume de produit et du temps.

a) Loi de Darcy généralisée

La loi de Darcy généralisée permet d'exprimer les vitesses moyennes de la diffusion des phases liquide et gazeuse en utilisant les perméabilités relatives. Ces dernières sont dépendantes de la nature de l'écoulement d'une phase par rapport à l'autre et de l'équilibre thermodynamique qui existe entre les deux phases. Les expressions des vitesses de diffusion sont données sans prendre en compte l'effet de la gravité (équations I.12 et I.13).

$$\bar{V}_l = -\frac{k k_{rl}}{\mu_l} \nabla \bar{P}_l \quad (\text{I.13})$$

$$\bar{V}_g = -\frac{k k_{rg}}{\mu_g} \nabla \bar{P}_g \quad (\text{I.14})$$

\bar{P}_l et \bar{P}_g sont respectivement les pressions moyennes intrinsèques de la phase liquide et de la phase vapeur. Elles sont reliées à la pression capillaire qui est une grandeur caractéristique du milieu poreux par la relation suivante :

$$P_c = \bar{P}_g - \bar{P}_l \quad (\text{I.15})$$

En introduisant la pression capillaire dans l'équation (I.12), on obtient la relation suivante :

$$\rho_l \bar{V}_l = \rho_l \frac{k k_{rl}}{\mu_l} \nabla P_c - \rho_l \frac{k k_{rl}}{\mu_l} \nabla \bar{P}_g \quad (\text{I.16})$$

Le premier terme du second membre de l'équation (1.15) traduit le déplacement du liquide sous l'effet d'un gradient de pression capillaire. Le second terme représente le transport convectif sous l'action de gradient de pression de la phase gazeuse, et si on considère que la pression totale de la phase gazeuse est constante et égale à la pression atmosphérique, l'équation (1.15) peut se simplifier ainsi :

$$\rho_l \bar{V}_l = \rho_l \frac{k k_{rl}}{\mu_l} \nabla P_c \quad (\text{I.17})$$

b) Loi de Fick

Pour des mélanges de deux constituants, air sec et vapeur, tel le cas de l'air humide, la loi de Fick indique la proportionnalité de flux massique d'un des constituants par rapport à la vitesse moyenne du mélange et son gradient de concentration. Pour un constituant i de la phase gazeuse, on peut alors écrire :

$$\bar{\rho}_i^g \bar{V}_i = \bar{\rho}_i^g \bar{V}_g - \rho_g^g D_i^{eff} \nabla C_i \quad (I.18)$$

$$\text{avec } C_i = \frac{\bar{\rho}_i^g}{\rho_g^g} \quad (I.19)$$

Le premier terme du second membre de l'équation (I.17) représente le déplacement du constituant i provoqué par un gradient de pression de la phase gazeuse. La diffusion moléculaire est interprétée par le second terme de cette équation. Elle est induite par un gradient de concentration C du constituant i dans la phase gazeuse.

En introduisant l'expression de la vitesse de déplacement de la phase gazeuse dans l'expression (I.17), on obtient la relation suivante pour la vapeur d'eau :

$$\bar{\rho}_v^g \bar{V}_v = -\bar{\rho}_v^g \frac{k k_{rg}}{\mu_g} \nabla \bar{P}_g^g - \rho_g^g D_v^{eff} \nabla C \quad (I.20)$$

Le premier terme du second membre de cette équation qui correspond au déplacement de la phase gazeuse par convection est négligé car la pression totale de la phase gazeuse est considérée constante.

Dans le cas des milieux monophasés à deux constituants, le flux total de la phase gazeuse est la somme de flux d'air sec et du flux de vapeur d'eau. En supposant que les coefficients de diffusion de la vapeur dans la phase gazeuse et de l'air sec dans la phase gazeuse sont égaux, on aboutit à l'équation suivante :

$$\bar{\rho}_a^g \bar{V}_a = \rho_g^g D_v^{eff} \nabla C \quad (I.21)$$

c) Décomposition des gradients moteurs

Les flux massiques donnés par la loi de Darcy généralisée et la loi de Fick doivent être alors exprimés en fonction des deux variables d'état retenues précédemment, la température et la teneur en eau.

Le gradient de pression capillaire est alors exprimé ainsi :

$$\nabla P_c = \frac{\partial P_c}{\partial T} \nabla T + \frac{\partial P_c}{\partial W} \nabla W \quad (I.22)$$

Le gradient de concentration de la vapeur dans la phase gazeuse est écrit comme suit :

$$\nabla C = \frac{\partial C}{\partial T} \nabla T + \frac{\partial C}{\partial W} \nabla W \quad (I.23)$$

En introduisant l'expression de la pression capillaire, l'équation (I.14) devient :

$$\rho_l \bar{V}_l = D_l^T \nabla T + D_l^W \nabla W \quad (I.24)$$

D_l^T et D_l^W sont les coefficients de diffusion de la phase liquide dus respectivement aux gradients de la température et de la teneur en eau.

$$D_l^T = \rho_l \frac{k k_{rl}}{\mu_l} \frac{\partial P_c}{\partial T} \quad (I.25)$$

$$D_l^W = \rho_l \frac{k k_{rl}}{\mu_l} \frac{\partial P_c}{\partial W} \quad (I.26)$$

En introduisant l'expression du gradient de concentration dans les deux équations représentatives de flux de diffusion de la vapeur et du flux de diffusion de l'air sec à travers le milieu poreux, on obtient :

$$\bar{\rho}_v^s \bar{V}_v = -D_v^T \nabla T - D_v^W \nabla W \quad (I.27)$$

$$\bar{\rho}_a^s \bar{V}_a = -D_a^T \nabla T - D_a^W \nabla W \quad (I.28)$$

où D_v^T et D_v^W sont les coefficients de la diffusion de la vapeur dus respectivement au gradient de température et au gradient de teneur en eau. D_a^T et D_a^W sont les coefficients de diffusion de l'air sec respectivement relative au gradient de la température et au gradient de la teneur en eau.

$$D_v^T = -D_a^T = D_v^{eff} \left(\frac{M_a M_v}{MRT} \right) \frac{\partial \bar{P}_v^s}{\partial T} \quad (I.29)$$

$$D_v^W = -D_a^W = D_v^{eff} \left(\frac{M_a M_v}{MRT} \right) \frac{\partial \bar{P}_v^s}{\partial W} \quad (I.30)$$

d) Equation globale de conservation de masse

En sommant les équations de conservation de masse d'eau décrites précédemment (I.9) et (I.10), on obtient l'équation de conservation de la masse d'eau :

$$\frac{\partial W}{\partial t} - \nabla \cdot \left[\frac{1}{\rho_s} (\rho_l \bar{V}_l + \bar{\rho}_v^s \bar{V}_v) \right] = 0 \quad (I.31)$$

En introduisant les expressions (I.23) et (I.26) dans l'équation (I.30), on obtient :

$$\frac{\partial W}{\partial t} - \nabla \cdot \left[\frac{1}{\rho_s} ((D_l^T + D_v^T) \nabla T + (D_l^W + D_v^W) \nabla W) \right] = 0 \quad (I.32)$$

I.2.2.2 Equation de conservation de l'énergie

Sous l'hypothèse de l'existence d'un équilibre thermodynamique local entre les différentes phases du milieu poreux, la conservation de l'énergie est décrite par une équation globale, combinant la loi de Fourier qui représente le transfert de chaleur par conduction à laquelle sont associés les termes relatifs à la convection et au changement de phase.

$$\bar{\rho} C_p \frac{\partial T}{\partial t} - (\rho_l \bar{V}_l C_{pl} + \rho_v \bar{V}_v C_{pv} + \rho_a \bar{V}_a C_{pa}) \nabla T - \nabla \cdot (\lambda^* \nabla T) - K L_v = 0 \quad (I.33)$$

Généralement le second terme de cette équation qui introduit le transfert de chaleur par convection au sein du milieu poreux peut être négligé dans le cas d'un séchage convectif (Moyne, 1987).

La capacité thermique équivalente $\overline{\rho C_p}$ du milieu humide est donnée par l'équation (I.33) et le taux de changement de phase par l'équation (I.34) :

$$\overline{\rho C_p} = \rho_s C_{p_s} + \rho_l C_{p_l} + \rho_v C_{p_v} + \rho_a C_{p_a} \quad (I.34)$$

$$K = \nabla \cdot (D_v^T \nabla T + D_v^W \nabla W) = \nabla \cdot \dot{m}_v \quad (I.35)$$

En négligeant le terme relatif au transfert convectif, l'équation de la chaleur peut être mise sous la forme suivante :

$$\overline{\rho C_p} \frac{\partial T}{\partial t} - \nabla \cdot (\lambda^* \nabla T) - K L_v = 0 \quad (I.36)$$

I.2.3 Couplage de transfert thermohydrique / hydratation

L'une des hypothèses retenues dans l'élaboration du modèle est l'absence de réactions chimiques dans le matériau. Cette hypothèse est valable quand il s'agit du transfert de chaleur et de masse au sein d'un matériau stabilisé. Au jeune âge, des cinétiques d'hydratation des constituants hydrauliques ou pouzzolaniques apparaissent suite à leur contact avec l'eau du gâchage. Elles sont caractérisées par une suite de réactions chimiques exothermiques et thermoactives dans la structure multiphasique et hétérogène du béton. Des recherches étendues ont été entreprises pour étudier ce phénomène (Verbeck *et* Hulmuth, 1968 ; Knudsen, 1984 ; Bentz *et al.*, 1999 ; D'Aloie *et* Chanvillard, 2002 ; Mounanga, 2003 ; Peng, 2006) en utilisant des techniques expérimentales comme la diffractométrie aux rayons X (DRX), la résonance magnétique nucléaire (RMN), les microscopies optique et électronique, la calorimétrie isotherme ou adiabatique.

Les cinétiques d'hydratation peuvent être caractérisées par quatre voire cinq stades, pré induction, induction, accélération, décélération et fin d'hydratation ou l'équilibre. La pré-induction est très courte, elle correspond au premier pic de chaleur observé suite au passage des anhydres en solution en contact de l'eau. La phase d'induction peut aller de 2 à 6 heures, elle se caractérise par un ralentissement du processus d'hydratation suite à l'inhibition temporaire de l'hydratation des constituants. L'étape d'accélération est régie par la nucléation, elle a une croissance rapide, marquée par un pic de dégagement de chaleur plus important que le premier, elle se produit habituellement durant les 5 - 10 premières heures. Les deux périodes de décélération et d'équilibre sont contrôlées par un processus de diffusion. Ce sont les deux étapes les plus importantes en ce qui concerne le développement des propriétés mécaniques du produit final (le durcissement et la durabilité du béton).

Les cinétiques d'hydratation sont, comme toute réaction chimique, modifiées par les variations de température du milieu réactionnel selon la loi d'Arrhénius (Verberck *et* Hulmuth, 1968 ; Kjellsen *et al.*, 1991), et les proportions de l'eau et de liant et la composition chimique de ce dernier (Bentz *et al.*, 1999). L'effet des différents facteurs justifie le couplage

nécessaire entre les équations de conservation de masse et d'énergie et la loi des cinétiques d'hydratation.

Monge (2008) fait intervenir le couplage entre l'hydratation et le séchage dans l'équation d'Arrhenius en faisant apparaître un nouveau terme qui prend en compte l'épuisement en eau du matériau :

$$\frac{\partial \xi}{\partial t} = \tilde{A}(\xi) \cdot \left(\frac{W_i - W_f}{W_0 - W_f} \right)^N \cdot \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right) \quad (\text{I.37})$$

W_i , W_0 et W_f sont respectivement la teneur en eau dans le matériau à l'instant i , la teneur en eau initiale et la teneur en eau correspondante à l'humidité relative pour laquelle l'hydratation est stoppée (selon Van Breugel (1995), l'hydratation s'arrête à une humidité relative autour de 70%). N est un facteur d'hydroactivation qui est généralement compris entre 0,3 et 0,7.

Le degré d'avancement des réactions d'hydratation est déterminé à partir de degré d'hydratation α selon la relation (I.37). α_∞ est le degré d'hydratation ultime, cette borne a été mise en place par Waller (1999) en démontrant que même pour des rapports eau/liant relativement forts, l'hydratation n'est jamais complète. Il propose ainsi un modèle empirique qui prend en compte la nature et la composition du mortier (équation I.38).

$$\xi = \frac{\alpha}{\alpha_\infty} \quad (\text{I.38})$$

$$\alpha_\infty = 1 - \exp\left(-3,3 \left(\frac{\text{eau}}{\text{liant}}\right)_{\text{stoechio}}\right) \quad (\text{I.39})$$

Le rapport stoechiométrique eau/liant est étroitement lié à la composition chimique du liant. Il peut être approché par l'expression empirique suivante (Haouas, 2007) :

$$\left(\frac{\text{eau}}{\text{liant}}\right)_{\text{stoechio}} = 0,187 \cdot x_{C3S} + 0,158 \cdot x_{C2S} + 0,665 \cdot x_{C3A} + 0,213 \cdot x_{C4AF} \quad (\text{I.40})$$

L'utilisation de l'affinité chimique pour décrire l'évolution des réactions d'hydratation est une approche globale qui ne fait pas de distinction entre la contribution de chaque constituant dans l'évolution de l'hydratation. Lackner *et al.* (2005) ont proposé une expression analytique de cette grandeur en fonction du degré d'avancement de l'hydratation :

$$\tilde{A}(\xi) = a \frac{1 - \exp(-b\xi)}{1 + c\xi^d} \quad (\text{I.41})$$

où a , b , c et d sont des paramètres ajustables par la méthode des moindres carrés en exploitant des essais de calorimétrie adiabatique ou semi adiabatique.

La chaleur générée par hydratation peut être prise en compte dans l'équation globale de conservation de l'énergie en faisant apparaître un terme source (équation I.41).

$$\overline{\rho C_p} \frac{\partial T}{\partial t} - \nabla \cdot (\lambda^* \nabla T) - K L_v = Q_\infty \cdot \alpha_\infty \cdot \rho_{\text{liant}} \cdot \frac{\partial \xi}{\partial t} \quad (\text{I.42})$$

avec Q_{∞} , la quantité de chaleur dégagée par l'hydratation complète d'un gramme de liant et ρ_{liant} , le rapport de la masse initiale des anhydres par le volume totale du matériau.

Afin de tenir compte de l'épuisement chimique de l'eau, il est nécessaire d'introduire un terme puits dans l'équation de transfert de masse :

$$\frac{\partial W}{\partial t} - \nabla \cdot \left[\frac{1}{\rho_s} \left((D_l^T + D_v^T) \nabla T + (D_l^W + D_v^W) \nabla W \right) \right] = \left(\frac{eau}{liant} \right)_{\text{stoechio}} \alpha_{\infty} m_{liant}^{ini} \frac{\partial \xi}{\partial t} \quad (I.43)$$

Dans le modèle de transfert thermohydrique présenté précédemment, la teneur en eau est calculée en base sèche sans distinction entre la quantité d'eau chimique liée (par hydratation) et la quantité d'eau libre ou physiquement liée. De ce fait, la présence d'un terme relatif à la consommation d'eau par hydratation dans l'équation globale de conservation de masse comme l'avait présenté Monge (2008) (équation I.42) ne semble pas correcte.

I.3 Les coefficients de transferts hydriques

Suivant les hypothèses émises lors du développement du modèle mathématique, les transferts hydriques peuvent être représentés soit par un coefficient global appelé diffusivité hydrique ou par plusieurs coefficients relatifs à l'état de l'eau dans le milieu poreux (liquide ou vapeur) et aux gradients moteurs (température ou teneur en eau). La détermination de ces paramètres phénoménologiques est une étape cruciale et indispensable pour la modélisation des transferts thermohydriques. Nous présentons dans cette partie une revue bibliographique des différentes méthodes employées pour déterminer ces paramètres.

I.3.1 Coefficient de diffusion global « diffusivité hydrique »

Deux types de diffusivité hydrique peuvent être distingués, celle mesurée en régime permanent et celle mesurée en régime transitoire. Différents protocoles expérimentaux donnent accès à ces grandeurs.

I.3.1.1 En régime permanent

La méthode de la coupelle, décrite dans le projet de norme prEN ISO 12572, est généralement la plus utilisée pour déterminer en état stationnaire la diffusion de la vapeur dans un matériau poreux soumis à deux pressions de vapeur différentes de part et d'autre de ses faces (Kari *et al.*, 1991). La différence de pression partielle ainsi créée donne lieu à un flux de vapeur d'eau qui se déplace du milieu le plus humide vers le milieu le moins humide. La connaissance le flux de vapeur permet de déterminer la diffusivité massique en exploitant la première loi de Fick.

En considérant la vapeur d'eau comme un gaz parfait, la diffusivité massique en régime stationnaire est définie ainsi :

$$D_v = \frac{e RT \varphi}{D_0 S M_v \Delta P_v} \quad (I.44)$$

avec φ , le flux massique d'eau mesuré (perte de masse par unité de temps) ; S , la surface de la section droite de l'échantillon ; M_v , la masse molaire de la vapeur d'eau ; ΔP_v , la différence de pression partielle de part et d'autre de l'échantillon ; T , la température dans les conditions d'essai ; e , l'épaisseur de l'échantillon et D_0 le coefficient de diffusion de la vapeur d'eau dans l'air.

I.3.1.2 En régime transitoire, solution analytique

En régime transitoire, la technique de la pesée successive ou de gravimétrie est la plus utilisée. Elle consiste à suivre l'évolution de la teneur en eau d'un échantillon placé dans un environnement contrôlé. En supposant que les phénomènes de transfert de l'humidité sont exclusivement gouvernés par la loi de Fick (équation I.43), il existe plusieurs méthodes analytiques et numériques de résolution de cette équation aux dérivées partielles. Chacune de ces résolutions est spécifique à un régime de diffusion et à des conditions aux limites et initiales fixées par l'expérimentation.

$$\frac{\partial W}{\partial t} = D \frac{\partial^2 W}{\partial x^2} \quad (\text{I.45})$$

On définit une teneur en eau normalisée exprimé par la relation $W^* = \frac{W - W_{eq}}{W_0 - W_{eq}}$ avec W_{eq} la teneur en eau à l'équilibre, l'équation I.43 se réécrit ainsi :

$$\frac{\partial W^*}{\partial t} = D \frac{\partial^2 W^*}{\partial x^2} \quad (\text{I.46})$$

▪ **La résistance au transfert de masse externe est négligée**

En faisant l'hypothèse d'une plaque infinie d'une épaisseur totale e et en négligeant les résistances au transfert de masse externe, les conditions aux limites deviennent :

$$\text{Pour } t > 0, W^*|_{x=0} = 0 \quad \text{et} \quad \left. \frac{\partial W^*}{\partial x} \right|_{x=e} = 0 \quad (\text{I.47})$$

Afin de résoudre le problème analytiquement, Crank (1975) a utilisé une méthode de séparation de variables et propose l'expression I.46 comme solution analytique du système d'équations (I.44) et (I.45) :

$$W^* = \sum_{n=0}^{\infty} \frac{8}{(2n+1)^2 \pi^2} \exp \left[- (2n+1)^2 \pi^2 \frac{Dt}{4e^2} \right] \quad (\text{I.48})$$

Cette solution peut amener à deux méthodes d'évaluation du coefficient de diffusion.

La méthode de demi-montée consiste à déterminer à partir de la courbe expérimentale de l'évolution de la teneur en eau, le temps pour lequel la teneur en eau change de la moitié. Ainsi le processus de séchage est considéré bien avancé et le premier terme de l'équation I.46 seul peut suffire pour déterminer le coefficient de diffusion :

$$D = \frac{e^2}{t_{0,5}} \cdot \frac{\ln(16/\pi^2)}{\pi^2} \approx 0,049 \cdot \frac{e^2}{t_{0,5}} \quad (\text{I.49})$$

Il est également possible d'exploiter l'intégralité de la courbe de séchage en faisant appel à une méthode indirecte de minimisation.

▪ **Prise en compte de la résistance au transfert de masse externe**

Pour s'affranchir de l'hypothèse d'échange parfait à l'interface (condition de Dirichlet), Il est possible de résoudre l'équation I.44 en prenant en compte la résistance au transfert à l'interface. Si on considère que le transfert est convectif en surface, la densité de flux est donnée par :

$$\text{Pour } t > 0, -\rho_s D \left. \frac{\partial W}{\partial x} \right|_{x=0} = h_m (W - W_{eq}) \quad \text{et} \quad \left. \frac{\partial W}{\partial x} \right|_{x=e} = 0 \quad (\text{I.50})$$

avec h_m , le coefficient d'échange de masse.

A l'aide de la technique de séparation de variables, on procède à la résolution analytique des équations I.45 et I.49, ce qui permet d'obtenir la solution suivante (Dincer *et* Dost, 1996) :

$$W^* = \sum_{n=0}^{\infty} \frac{2 \cdot \sin^2 \delta_n}{\delta_n (\delta_n + \sin \delta_n \cdot \cos \delta_n)} \exp \left[-\delta_n^2 \frac{Dt}{4e^2} \right] \quad (\text{I.51})$$

δ_n sont les solutions successives de l'équation I.51 :

$$\delta_n \tan \delta_n = \frac{h_m e}{D \rho_s} \quad (\text{I.52})$$

Les racines de l'équation I.51 peuvent être calculées numériquement et le coefficient de diffusion est identifié par méthode inverse à partir de la courbe expérimentale de l'évolution de la teneur en eau avec le temps.

▪ **Prise en compte du couplage transfert de chaleur et d'humidité**

Les deux précédentes solutions sont obtenues en conditions isothermes. Afin de tenir compte du couplage entre le transfert de chaleur et d'humidité, Qin *et al.* (2005) proposent une méthode analytique qui consiste à simplifier le système couplé aux dérivées partielles par la transformé de Laplace et résoudre les équations par la méthode TFM (Transfer Function Method).

I.3.2 Coefficients de transfert hydrique en phase liquide et en phase gazeuse et techniques inverses

Le modèle de transfert multiphasé retenu pour décrire le mouvement de l'eau dans les milieux capillaro-poreux hygroscopiques fait intervenir quatre coefficients de transfert hydrique (équations I.24, I.25, I.28 et I.29). La détermination de ces coefficients nécessite la connaissance des isothermes de désorption, des propriétés capillaires, des perméabilités intrinsèques et relatives de chaque phase.

Afin de contourner la difficulté des mesures de perméabilités relatives, plusieurs auteurs ont proposé des relations empiriques en les exprimant en fonction de la saturation. Elles peuvent être classées en deux catégories : celles basées sur des mesures de pression capillaire et celles dont la forme est une fonction de la saturation.

Les perméabilités relatives peuvent être obtenues en exploitant les isothermes de désorption déterminées expérimentalement et en utilisant la formulation de VGM (Van Genuchten-Mualem). La relation (I.53), découlant de l'approche VGM est utilisée pour le calage de la courbe expérimentale de pression capillaire déterminée à partir de l'isotherme de désorption selon l'équation (I.52) de Kelvin :

$$-P_c = \frac{RT\rho_l}{M_l} \ln(Hr) \quad (\text{I.53})$$

$$P_c = a(S-1)^{1-1/b} \quad (\text{I.54})$$

Une fois les coefficients a et b sont identifiés, les perméabilités relatives au liquide et au gaz peuvent être déterminées en fonction du degré de saturation selon l'approche VGM :

$$k_{rl} = \sqrt{S} \left(1 - (1 - S^b)^{1/b} \right)^2 \quad \text{et} \quad k_{rg} = \sqrt{1-S} (1 - S^b)^{2/b} \quad (\text{I.55})$$

Fatt et Klikoff (cité par Udell, 1985) supposent que dans les matériaux hygroscopiques, l'écoulement de la phase liquide demeure continu (état funiculaire) dans la région non-hygroscopique est relié d'une façon proportionnelle à la saturation. Ils proposent ainsi des expressions de puissance pour expriment l'évolution des perméabilités relatives en fonction de la saturation :

$$k_{rl} = S^3 \text{ et } k_{rg} = (1-S)^3 \quad (\text{I.56})$$

Ces expressions ont été généralisées par Perré *et* Degiovanni (1990) et Ferguson *et* Turner (1994) en remplaçant le facteur de puissance par des paramètres α *et* β dont les valeurs testées sont 1,5, 2 et 3.

Moyne (1987) et Puiggali *et* Quintard (1992) proposent également des fonctions de puissance pour exprimer l'évolution des perméabilités avec la saturation en faisant intervenir la saturation irréductible.

$$\begin{aligned} \text{Pour } S > S_{irr} \quad k_{rl} &= \left\{ \frac{S - S_{irr}}{1 - S_{irr}} \right\}^\alpha \text{ et } k_{rg} = \left\{ \frac{1 - S}{1 - S_{irr}} \right\}^\beta \\ \text{Pour } S \leq S_{irr} \quad k_{rl} &= 0 \quad \text{et } k_{rg} = 1 \end{aligned} \quad (\text{I.57})$$

Courivaud *et al.* (1997), dans leurs travaux sur les transferts de masse et de chaleur dans le béton cellulaire en phase d'élaboration, utilisent une équation polynomiale d'ordre 3 pour présenter la perméabilité en phase liquide en fonction de la teneur en eau équivalente et un polynôme d'ordre 4 pour la perméabilité en phase vapeur.

$$k_{rg} = 1 + W^{*2}(2W^* - 3) \text{ et } k_{rl} = W^{*4} \quad (\text{I.58})$$

$$\text{avec : } W^* = \frac{W - W_{irr}}{W_{sat} - W_{irr}}$$

Le calcul des coefficients de transfert hydrique selon l'approche théorique ainsi développée reste très compliqué car il nécessite la connaissance de nombreux paramètres physiques qui sont difficiles à appréhender notamment dans le cas des matériaux fortement hétérogènes tels que le béton. Il existe ainsi dans la littérature de nombreuses corrélations permettant d'estimer les coefficients de diffusion sans faire intervenir ces propriétés. Navarri (1992) a choisi d'exprimer le coefficient de diffusion global par une forme exponentielle dépendante de la teneur en eau et de la température :

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{a}{W}\right) \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad (\text{I.59})$$

où a , E_a *et* D_0 sont des paramètres ajustables avec l'expérimentation.

Ketelaars *et al.* (1995) donnent une expression exponentielle du coefficient de diffusion en phase liquide dépendant uniquement de la teneur en eau :

$$D = D_0 \exp(aW) \quad (\text{I.60})$$

Dietl *et al.* (1998) considèrent la co-existence de fluide sous ses deux états : liquide et vapeur et proposent d'estimer à partir des cinétiques de séchage expérimentales la conductivité

hydraulique exprimée par l'équation I.60 et la résistance au transfert de la phase vapeur qu'ils considèrent constante.

$$k = c_1 \left(\frac{T}{c_2} \right)^{c_3} \left(\frac{W}{c_4} \right)^{c_5} \quad (\text{I.61})$$

où c_1, \dots, c_4 sont des paramètres ajustables.

Les différents paramètres des coefficients de diffusion sont ajustés à l'aide d'une procédure d'optimisation de façon à minimiser l'écart entre les données expérimentales et simulées.

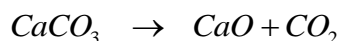
I.4 Matériaux étudiés : caractéristiques physiques et chimiques

Les bétons et les enduits de chanvre sont classiquement constitués de particules de chanvre et de liants à base de la chaux hydraulique et aérienne dont les proportions sont variables selon l'usage. De nombreux travaux ont été menés sur ces matériaux afin d'évaluer leurs performances. Ces travaux concernent particulièrement les mesures des propriétés mécaniques, physiques et hydriques (d'Arnaud, 2000 ; Elfordy *et al*, 2008; Collet, 2004 ; Bütschi, 2004 ; Cerezo, 2005 ; Samri, 2008 ; Evrard, 2008). Très peu sont ceux qui sont destinés à appréhender le comportement thermohydrique des matériaux en usage ou au jeune âge (Evrard, 2008 ; Samri, 2008 ; Zaknoute et al, 2008 ; Glouannec et al, 2010).

Dans cette partie, on présente une synthèse des connaissances scientifiques concernant ces matériaux et leurs constituants.

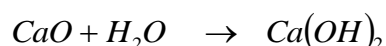
I.4.1 Les liants

Les liants classiquement utilisés dans la fabrication du béton et d'enduit de chanvre contiennent essentiellement la chaux aérienne, la chaux hydraulique et la pozzoulane (FFB, 2007). Les proportions des constituants sont variables selon le fabricant. La chaux est produite par calcination de la pierre de calcaire. La carbonatation de la calcite CaCO_3 aux environs de 900°C permet d'obtenir la chaux vive CaO . Cette réaction s'accompagne d'un fort dégagement de CO_2 présent dans le minerai selon la réaction suivante :



Lorsque le calcaire contient de l'argile, lors de la calcination en plus de la formation de CaO , s'ajoute l'apparition de silicate et d'aluminate de calcium. Le silicate dicalcique est le constituant majeur de la chaux hydraulique. Quant à la chaux aérienne, elle se forme lorsque le calcaire contient plus de 95% de CaCO_3 .

La chaux vive se transforme en chaux éteinte, hydraulique ou aérienne par ajout d'eau, cette réaction est très exothermique (1 155 kJ/kg de CaO) :



Dans le cas de la chaux hydraulique, la quantité d'eau employée pour l'extinction est ajustée pour éviter la prise hydraulique du matériau à l'inverse de la chaux aérienne où la quantité d'eau d'extinction n'est pas limitée.

La chaux aérienne apporte au liant une cinétique de prise assez lente au contact du gaz carbonique et en présence de faible quantité d'eau. Cependant, les études réalisées par Bütschi (2004) et Lawrence et al. (2006) montrent que la solidification des matériaux à base de la chaux aérienne est très lente et la carbonatation se produit difficilement au cœur du produit. L'ajout des liants hydrauliques permet d'activer les réactions de durcissement (Evrard, 2002). En effet, la chaux hydraulique constituée principalement des silicates, des aluminates et d'hydroxyde de calcium, au contact de l'eau, ces éléments lui confèrent une prise dite hydraulique due à une réaction entre les silicates et le CaO pour former des silicates de la chaux hydratées CSH qui donne un liant d'une bonne résistance mécanique. L'ajout d'additifs pouzzolaniques comme la fumée de silice permet de contrôler la cinétique de prise.

Les deux liants utilisés dans le cadre de nos travaux sont le Tradical®PF70 et le Tradical®PF80 M manufacturés et commercialisés par la société Balthazard Cotte Bâtiment (BCB). Le premier est un mélange de 75% en masse de la chaux aérienne, 15% de la chaux hydraulique et 10% de pouzzolanes dont 0,5% d'additifs tel que l'entraîneur d'air qui a une influence directe sur la taille des pores. Quant au liant Tradical®PF80 M, principalement utilisé dans la réalisation des enduits, il est constitué de 35% en masse de charges minérales, 55% de la chaux aérienne et 10% de la chaux hydraulique).

Nguyen (2010) à travers les observations effectuées au MEB (figure I.6), constate une hétérogénéité importante de la porosité du liant Tradical®PF70 et une répartition large de la taille des pores allant de quelques micromètres à quelques millimètres. Samri (2008) estime la porosité de ce matériau à 50% environ et celle du liant Tradical PF80 M à 48% avec une quantité d'eau résiduelle de 4% en volume après séchage en étuve à 60°C. Ces résultats ont été obtenus pour des matériaux fabriqués avec des rapports massique eau / liant allant de 0,4 à 0,5.

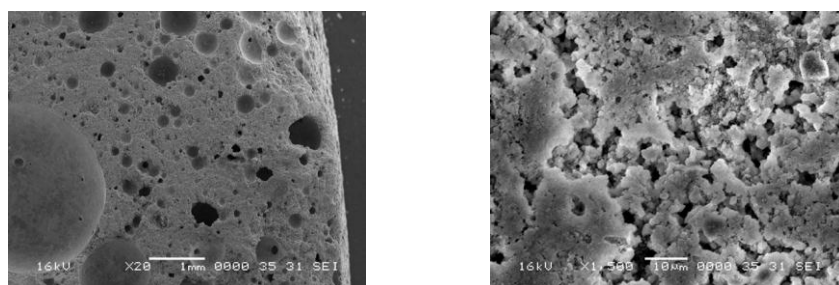


Figure I.6 : Microstructure du mortier de liant Tradical®PF70 (E/L=0,5) (Nguyen, 2010).

Concernant les propriétés mécaniques des liants, Cerezo (2005) constate un comportement à la rupture de type fragile et une évolution des paramètres mécaniques avec le temps (la prise hydraulique des liants permet une amélioration progressive de la résistance mécanique et la rigidité du matériau).

Les mesures de conductivité thermique effectuées sur le PF70 donnent une valeur de $0,24 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour une masse volumique de 1500 kg.m^{-3} (Arnaud et al., 2000 ; Cerezo, 2005, Glouannec et al, 2011). Des essais identiques sur liant PF80 M donnent une

conductivité thermique de $0,28 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour une masse volumique de 1400 kg.m^{-3} (Samri, 2004).

Le comportement hydrique des liants a suscité très peu d'attention. Le seul travail qu'on peut trouver dans la littérature est celui de Cerezo (2005). Il s'agit du suivi au cours du temps de l'évolution de la masse des liants Tradical®PF70 et PF80 M exposés à un environnement contrôlé en température et en humidité. Malgré la durée très longue des expérimentations (27 mois), l'allure des cinétiques de séchage des deux liants permet de les diviser en trois périodes classiquement rencontrées avec des matériaux capillaro-poreux hygroscopiques. Elle considère que la période de mise en régime est d'environ un mois durant laquelle une quantité d'eau importante est évacuée des produits, alors que la période de séchage à vitesse constante s'étend de 1 à 4 mois pour le Tradical®PF80 M et de 1 à 9 mois pour le PF70. La durée très longue des expérimentations laisse penser à l'interférence des cinétiques d'hydratation et de carbonations avec le séchage, chose qui n'a pas été abordée dans l'analyse de l'auteur.

I.4.2 Les particules et les fibres du chanvre

Le chanvre est une plante annuelle qui est utilisé dans le domaine de construction pour la fabrication de bétons légers ou d'isolant.

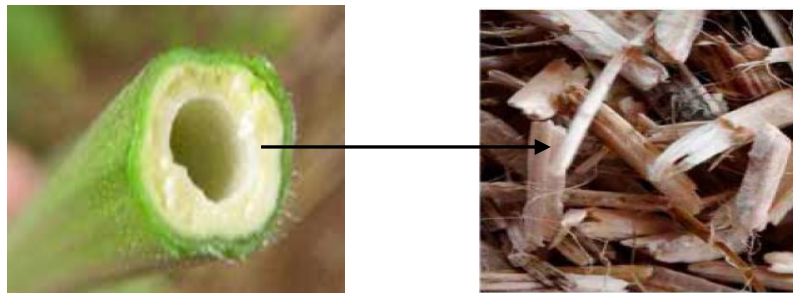


Figure I.7 : Morphologie de la plante de chanvre et des particules de chènevotte (source BCB).

▪ La chènevotte

La chènevotte est obtenue par défibrage de la tige, dépoussiérée par la suite et triée pour une utilisation adaptée à la construction. La particule de chènevotte se présente sous forme parallélépipédique de dimensions moyennes de $2 \times 0,5 \times 0,2 \text{ cm}^3$ (Cerezo, 2005). La masse volumique sèche est d'environ 320 kg.m^{-3} . La masse volumique en vrac est de 110 kg.m^{-3} et elle varie selon le compactage et les conditions ambiantes de stockage (Bütschi, 2004 ; Cerezo, 2005).

La structure interne de la particule se caractérise par une forte porosité 0,92, due aux nombreux capillaires (78%) qui permettent à la sève de circuler tout le long de la tige. La porosité intra – particules ne représente que 22% de la porosité totale. La composition chimique d'une particule de chanvre dépend du stade de croissance et de la maturité de la plante ainsi que des cultivars et des variétés du plant. Elle contient principalement de la cellulose.

La particule de chanvre est un matériau très hygroscopique. Suivant son taux de saturation, l'eau peut exister sous trois formes :

- L'eau libre ou l'eau capillaire qui se trouve dans les micropores des parois cellulaires et dans la matière ligneuse.
- L'eau adsorbée sur des sites de sorption ou des groupes hydroxyles qui se trouvent sur les macromolécules d'hémicelluloses de cellules amorphes et de lignine, ainsi qu'à la surface des parties cristallines de la cellulose.
- sous forme vapeur dans les lumens et les micropores des parois cellulaires.

L'hygroscopie importante de ce granulat lui permet d'absorber jusqu'à 4 fois sa masse en eau. Ce paramètre est pris en compte dans l'estimation de la quantité d'eau de gâchage lors de la mise en œuvre du béton et d'enduit de chanvre (Collet, 2004 ; Cerezo, 2005).

La faible conductivité thermique des particules de chanvre en vrac est principalement liée à la forte porosité inter et intra-particule de celles-ci. Les valeurs obtenues par Cerezo (2005) pour deux différentes masses volumiques, 110 et 155 kg.m⁻³, sont respectivement 0,048 et 0,058 W.m⁻¹.K⁻¹.

▪ Les fibres de chanvre

Comme la chènevotte, les fibres de chanvre sont constituées principalement de cellulose (56% en masse selon Sedan, 2007). Les principales caractéristiques morphologiques des fibres sont la finesse (entre 7 à 76 µm) et la longueur (entre 20 et 30 mm) (Boulloc et al., 2006).

Les fibres présentes dans le granulat de chanvre ont une longueur inférieure à 4 mm et leur proportion par rapport à la chènevotte dépend essentiellement du procédé de transformation de la paille de chanvre. Elle est d'environ 2% quand le granulat de chanvre est issu d'un processus qui sépare la fibre de la chènevotte et elle peut atteindre 13% quand le processus ne le permet pas (Hustache et Arnaud, 2008).

I.4.3 Les mélanges chanvre/chaux

Différentes formulations et protocoles de mise en œuvre ont été testées dans la littérature dans le principal but de fabriquer des éprouvettes avec des caractérisations thermiques, hydriques, acoustiques et mécaniques optimales (Bütschi, 2004 ; Evrard, 2008 ; Bruijin, 2008 ; Nguyen, 2010).

Par rapport au béton classique, le béton de chanvre présente des spécificités que l'on devrait prendre en compte lors de la formulation qui sont les interactions physique et chimique entre la pâte du liant et la chènevotte :

- La forte capacité d'absorption d'eau par la chènevotte peut perturber la prise hydraulique du liant. Pour surmonter ce phénomène, Cerezo (2005) propose, par exemple de pré-mouiller les particules de chanvre pour leur permettre de conserver leur volume initial (porosité) et ainsi jouer un rôle de réservoir en eau au cours de la prise hydraulique du liant, tandis que Collet (2004) propose de mélanger le liant et l'eau avant de rajouter la chènevotte sèche progressivement.

- Selon les études réalisées par Peyratout et al. (2007), l'introduction de la chènevotte dans la matrice du liant retarde le commencement de la prise hydraulique d'environ 1 heure et augmente sa durée de 20 minutes.

Les résultats présentés par Evrard (2008) fournissent des informations pratiques sur l'influence du procédé de fabrication et la teneur en eau initiale sur les propriétés finales du béton de chanvre. Il montre que le mélange violent de la pâte du béton (jusqu'à détérioration des particules de chènevotte) n'a pas d'impact sur sa densité finale ni sur sa perméabilité à la vapeur d'eau à l'inverse du compactage de la pâte qui a un effet considérable sur la durée du séchage et les propriétés finales du produit (les matériaux les moins compactés ont une meilleure carbonatation). Il a également observé que les matériaux fabriqués avec un excès d'eau n'ont pas de tenue mécanique (il considère que l'excès d'eau interrompt la prise hydraulique du matériau).

▪ **Microstructure**

Les observations au MEB montrent que les matériaux chanvre/chaux sont des matériaux essentiellement macroporeux, où l'on peut distinguer trois types de porosité :

- porosité intra-particulaire des particules végétales,
- porosité inter-particulaire liée aux arrangements des particules végétales entre elles,
- et la microporosité du liant.

Ces pores dans la majorité sont interconnectés. Ils ont une influence considérable sur les propriétés thermiques, hygrothermiques et acoustiques du béton. Selon les mesures effectuées par Collet et al. (2008), la porosité totale accessible au mercure varie de 63 à 66% pour un enduit d'une masse volumique apparente de 785 kg.m^{-3} et de 64 à 69% pour un béton de chanvre d'une masse volumique allant de 390 à 425 kg.m^{-3} .

Comme nous l'avons indiqué, la force de compactage peut entraîner une variation de la masse volumique apparente jusqu'à 40%.

▪ **Propriétés hydriques**

La large distribution de la taille des pores des matériaux chanvre/chaux permet à l'eau d'exister sous différentes formes correspondant à trois types de liaisons :

- L'eau chimiquement liée (qui a réagi avec le liant)
- L'eau attachée par liaisons physiques (forces de Van der Waals et force de capillarité)
- L'eau libre

Le comportement hydrique des matériaux chanvre/chaux lors du séchage est différent de celui en usage (après séchage). Les cinétiques de séchage trouvées dans la littérature (Evrard, 2008) sont réalisées dans des conditions de température et d'humidité d'air contrôlées (séchage par convection) et la durée des expérimentations s'étale sur plusieurs jours voir plusieurs mois. Toutes les expériences mènent à diviser les cinétiques de séchage des mélanges chanvre/chaux en trois périodes : une perte de masse importante durant les premiers jours de séchage (selon la teneur en eau initiale des produits) suivie d'une période de ralentissement

(séchage beaucoup plus lent et perte de masse plus faible) puis d'une période de mise en équilibre. Evrard (2008), en faisant l'hypothèse que l'équilibre hydrique des produits séchés est atteint au bout de 29 jours de séchage, a distingué le gain de masse dû à la carbonatation de la chaux hydratée de la perte de masse due au séchage.

D'autres études ont été réalisées dans le but d'identifier le comportement des matériaux chanvre/chaux en usage (comportement en présence d'eau à l'état vapeur et comportement en présence d'eau à l'état liquide) en déterminant ainsi les isothermes de sorption, les perméabilités à la vapeur et les coefficients de diffusion hydrique.

Une synthèse des mesures des perméabilités à la vapeur et des facteurs de résistance est donnée dans le tableau I.1 :

Tableau I.1 : Les perméabilités à la vapeur et les facteurs de résistance du matériau chanvre/chaux.

Etudes	Composition du mélange chanvre/chaux	Masse volumique apparente (kg.m ⁻³)	Perméabilité (état sec) (kg/(m.s.Pa))	Facteur de résistance (s)	Perméabilité (état humide) (kg/(m.s.Pa))	Facteur de résistance (s)
Collet (2004)	Liant PF70/Chanvribat	405-440	$1,7 \cdot 10^{-11}$ (Hr = 50%)	11,7 (Hr = 50%)	$2,3 \cdot 10^{-11}$ (Hr = 80%)	8,7 (Hr = 80%)
	Liant PF80 M /Chanvribat	805	$1,5 \cdot 10^{-11}$ (Hr = 50%)	13 (Hr = 50%)	$1,9 \cdot 10^{-11}$ (Hr = 80%)	10,6 (Hr = 80%)
Evrard (2008)	Liant PF70/Chanvribat	480	$1,56 \cdot 10^{-7}$	4,85	-	4,76

L'écart important entre les mesures de Collet (2004) et celles d'Evrard (2008) est lié au fait que les résistances au transfert aux interfaces n'ont pas été prises en compte par le premier auteur.

A partir des mesures des perméabilités et des isothermes de sorption, la diffusivité hydrique isotherme a été calculée en fonction de la teneur en eau par les deux auteurs. Dans le cas d'enduit, les valeurs trouvées sont comprises entre $3 \cdot 10^{-11}$ et $3 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ pour des teneurs en eau inférieures à $0,14 \text{ kg} \cdot \text{kg}^{-1}$ quant au béton chanvre, la diffusivité hydrique variée entre $6 \cdot 10^{-11}$ et $3 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ pour des teneurs en eau inférieure à $0,25 \text{ kg} \cdot \text{kg}^{-1}$.

Afin d'établir une bonne représentation numérique des cinétiques de séchage des matériaux chanvre/chaux, Evrard (2008) ajuste les coefficients de diffusion manuellement. Dans le même but, Glouannec et al (2010) ont utilisé les techniques inverses pour estimer les coefficients de transfert en phase liquide et en phase vapeur à partir des cinétiques de séchage expérimentales.

▪ Propriétés thermiques

La conductivité thermique a été évaluée dans de nombreuses études suivant différents paramètres tels que la nature et le dosage des matières premières, mode de fabrication des échantillons et la teneur en eau du matériau. Cerezo (2005) a mesuré la conductivité thermique du béton sec pour différentes masses volumiques. Elle obtient une évolution linéaire entre $0,06$ et $0,19 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ sur un intervalle de masse volumique allant de 200 à $840 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$.

I.5 Conclusion

Dans la première partie de ce chapitre, nous avons pu mettre en avant les bases nécessaires à la compréhension des phénomènes physiques intervenant lors du séchage d'un matériau poreux. Nous avons montré les différents modes de fixation de l'eau et son mouvement à travers la matrice poreuse. Ces phénomènes physiques sont décrits par un modèle mathématique issu de la théorie de Whitaker et constitué de deux équations différentielles fortement liées exprimant les bilans massique et énergétique.

Dans la seconde partie, nous avons présenté une synthèse des connaissances sur les matériaux, objets de cette thèse, en mettant en avant les travaux de recherche menés ces dernières années. Si les caractéristiques hydriques, thermiques et mécaniques sont connues en usage et peuvent être modélisées, les caractéristiques au jeune âge sont très peu connues.

CHAPITRE 2 :
CARACTERISATION DES MATERIAUX

II. Caractérisation des matériaux

Dans ce chapitre, nous nous intéressons à la caractérisation des granulats de chanvre et de deux liants, connus sous les appellations commerciales Tradical® PF70 et PF80 M, intégrés respectivement dans la composition du béton et de l'enduit de chanvre. L'objectif est la mesure de leurs propriétés thermophysiques telles que la chaleur massique et la conductivité thermique, la connaissance de leur comportement en présence d'eau (capacité d'absorption d'eau et isothermes de désorption) et des cinétiques d'hydratation des liants dans des conditions isothermes. La détermination des propriétés de mélanges chanvre/chaux est ensuite effectuée.

II.1 Matériaux et préparation des éprouvettes

II.1.1 Particules végétales et cinétiques d'absorption de l'eau

Deux types de granulats de chanvre ont été utilisés. Le premier est une chènevotte pure constituée de particules boisées de longueur variant de 1,25 à 20 mm et de largeur comprise entre 0,3 et 10 mm, commercialisé sous l'appellation « Chanvribat ». Le deuxième type est un granulat de chanvre fibré (mélange de chènevotte et de fibres courtes) commercialisé sous l'appellation « Terrachanvre » et utilisé principalement dans les formulations d'enduit de finition (Figure II.1). Les particules de chanvre fibré court Terrachanvre (C.T) présentent une morphologie plus fine que le granulat de Chanvribat (C.C) (la longueur varie de 0,5 à 1 mm et la largeur de 0,2 à 0,4 mm).

Comme nous l'avons indiqué auparavant, la quantité de fibres présente dans le granulat de chanvre dépend directement du processus de transformation de la paille de chanvre. On peut ainsi considérer que la teneur en fibre du granulat de Chanvribat est très faible (< 2% en masse) vu qu'il est issu d'un processus qui sépare la fibre de la chènevotte. En ce qui concerne le granulat de Terrachanvre qui est issu d'un processus qui ne permet pas le défibrage, les mesures effectuées par tamisage donnent des rapports fibres/chènevotte allant de 0,5% à 13,7% en masse (Hustache *et* Arnaud, 2008). Il est difficile d'évaluer la quantité de fibre dans la chènevotte (certaines fibres restent collées aux particules de chènevotte et la méthode de tamisage ne permet pas leur séparation).



Figure II.1 : Granulats de chanvre : (a) chènevotte Chanvribat, (b) chanvre fibré court Terrachanvre.

Pour déterminer le comportement des granulats de chanvre en présence d'eau liquide, le protocole suivant, suggéré par Ho Thi (2008), a été mis en œuvre pour évaluer l'eau absorbée au cours du temps. Les particules végétales préalablement nettoyées sont séchées à une température de 80°C, pour permettre une évaporation rapide et complète de l'eau stockée dans les pores. Des échantillons d'une masse moyenne de 2 g sont, par la suite, immergés complètement dans l'eau distillée à une température de 23°C. Les pesées des échantillons imbibés sont effectuées à des intervalles de temps réguliers : 1, 2, 3, 4, 5, 10, 15 et 20 minutes. Avant chaque pesée, l'eau présente autour des particules est soigneusement enlevée en secouant l'échantillon pour éliminer la pellicule d'eau présente en surface des particules et les ménisques d'eau entre deux particules consécutives. La reproductibilité des résultats est vérifiée en appliquant le même test sur trois échantillons pour chaque type de granulats.

L'examen des courbes représentatives des cinétiques d'absorption des deux chènevottes (Figure II.2), confirme leur affinité importante à l'eau. Cette affinité se manifeste principalement durant les cinq premières minutes en absorbant environ 1,5 à 2 fois leurs masses initiales. Au-delà de 5 minutes, l'absorption de l'eau varie faiblement.

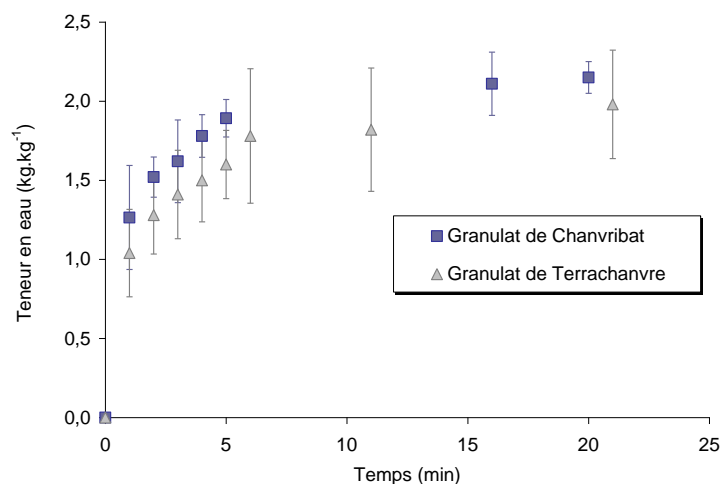


Figure II.2 : Comportements des granulats de Chanvribat et Terrachanvre en présence d'eau.

II.1.2 Liants à base de chaux

Les liants étudiés sont manufacturés par la société Balthazard Cotte Bâtiment (BCB). Le Tradical®PF70 est un mélange de 75% en masse de la chaux aérienne, 15% de la chaux hydraulique et 10% de pouzzolane dont environ 0,5% d'additifs tel que l'entraîneur d'air qui a une influence directe sur la taille des pores. Quant au liant Tradical®PF80 M, principalement utilisé dans la réalisation des enduits à caractère isolant, il est constitué de 35% en masse de charges minérales, 55% de la chaux aérienne et 10% de la chaux hydraulique (Tableau II.1)

Tableau II.1 : Proportions massiques de la chaux hydraulique et aérienne dans les deux liants.

	Chaux aérienne	Chaux hydraulique	Pouzzolane	Charge minérale
Tradical®PF80 M	55%	10%	-	35
Tradical®PF70	75%	15%	10%	-

Cinétiques d'hydratation des liants

Les réactions d'hydratation des liants à base de la chaux hydraulique sont exothermiques, la mesure de l'énergie dégagée est donc une technique qui permet d'évaluer la cinétique de la réaction (Kada *et al.*, 1999). Dans le cadre de ces travaux, des mesures ont été réalisées par calorimétrie isotherme. Cette méthode permet d'obtenir la puissance thermique générée au cours du temps. Après intégration, on obtient la quantité de chaleur dégagée.

Un calorimètre à double puits a été exploité : un puits dédié à l'échantillon et l'autre servant de référence reçoit une ampoule vide. La sensibilité est de 5 μ W.

Avant de préparer les mélanges, le liant et l'eau sont conditionnés à la température désirée. Le mélange est ensuite placé dans une ampoule scellée hermétiquement pour éviter la perte d'humidité. Les mesures ont été réalisées avec des échantillons de masse moyenne d'environ 7 g et un rapport massique d'eau/liant de 0,4.

Les cinétiques d'hydratation des deux matériaux sont présentées sur la Figure II.3. On remarque que les évolutions mesurées ont pratiquement la même allure et la chaleur dégagée par le Tradical®PF80 M est quatre fois inférieure à celle mesurée pour le Tradical®PF70. On peut distinguer trois étapes : une accélération au cours des premières heures du contact des produits avec l'eau, caractérisée par un important dégagement de chaleur ; suivie d'une période de ralentissement, suivie d'une période de mise en équilibre. Ces deux dernières étapes sont relativement lentes car elles sont contrôlées par la diffusion de l'eau à travers les hydrates pour atteindre les anhydres. Les cinétiques d'hydratation du Tradical®PF70 réalisée à deux températures différentes (25 et 30°C) montrent que les réactions s'accélèrent avec la température, particulièrement durant les deux premières périodes.

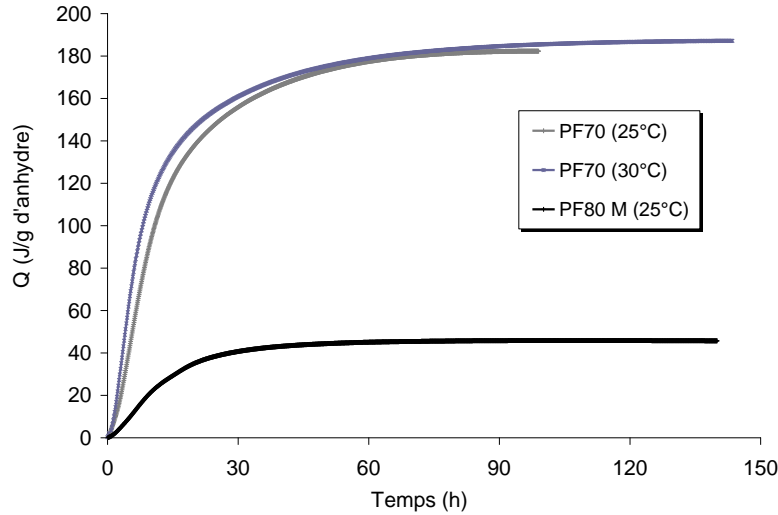


Figure II.3 : Chaleurs d'hydratation des liants Tradical® PF70 et PF80 M.

Le degré d'avancement de ces cinétiques réactionnelles qui est le rapport entre la masse du liant hydraté à l'instant « t » et la masse initiale des particules anhydres peut être déterminé en exploitant les courbes précédentes :

$$\alpha(t) = \frac{Q(t)}{Q_{\infty}} \quad (\text{II.1})$$

où $Q(t)$ et Q_{∞} sont les chaleurs générées au cours d'une durée t et d'un période infinie (hydratation complète des anhydres).

La vitesse d'hydratation est à la fois fonction de la température et du degré d'avancement des réactions. Cette dépendance s'écrit sous la forme générale :

$$\left(\frac{d\alpha_T}{dt} \right)_T = K(T) f(\alpha) \quad (\text{II.2})$$

où $K(T)$ et $f(\alpha)$ sont respectivement les fonctions qui dépendent de la température et de degré d'hydratation.

Les courbes de variation de la vitesse d'hydratation des liant PF70 et PF80 M avec le degré d'avancement sont tracées sur la Figure II.4. Nous pouvons constater que pour chacun des niveaux thermiques les courbes passent par un extremum correspondant à un degré d'hydratation compris entre 0,2 et 0,3.

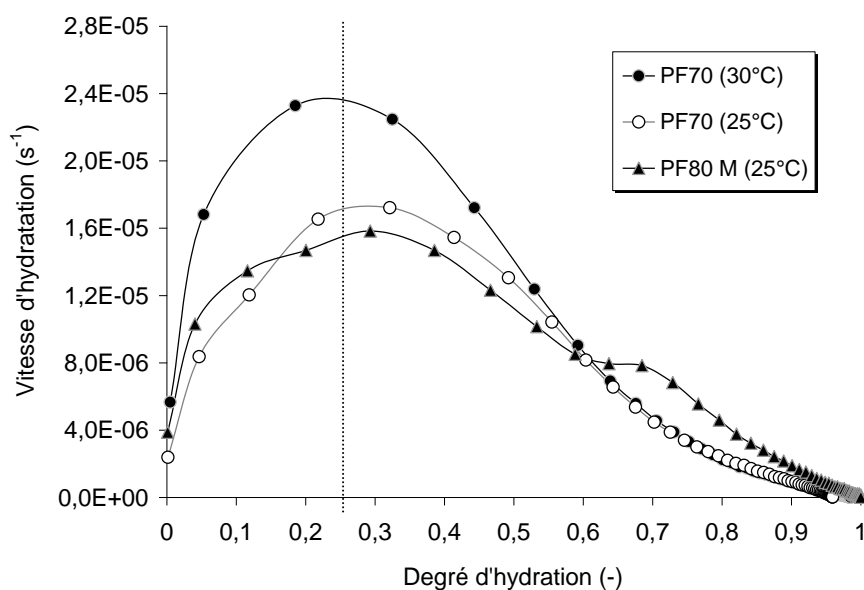


Figure II.4 : Les vitesses d'hydratation du Tradical® PF70.

L'observation de ces tracés montre qu'au bout de deux jours on peut considérer que les cinétiques réactionnelles essentiellement induites par la chaux hydraulique sont pratiquement achevées en particulier pour le PF80 M. Cette étude montre également que la chaleur dégagée par de PF80M est beaucoup plus faible en comparaison à d'autres matériaux cimentaires (entre 250 et 300 J/g : Buffalo-Lacarrière, 2007).

II.1.3 Préparation des éprouvettes de liant et de mélange chanvre/chaux

Dans ce travail, on a utilisé des formulations classiques pour la fabrication des enduits. Un grand nombre d'éprouvettes a été fabriqué pour déterminer les isothermes de désorption, les propriétés thermophysiques et établir les cinétiques de séchage (Figure II.5).

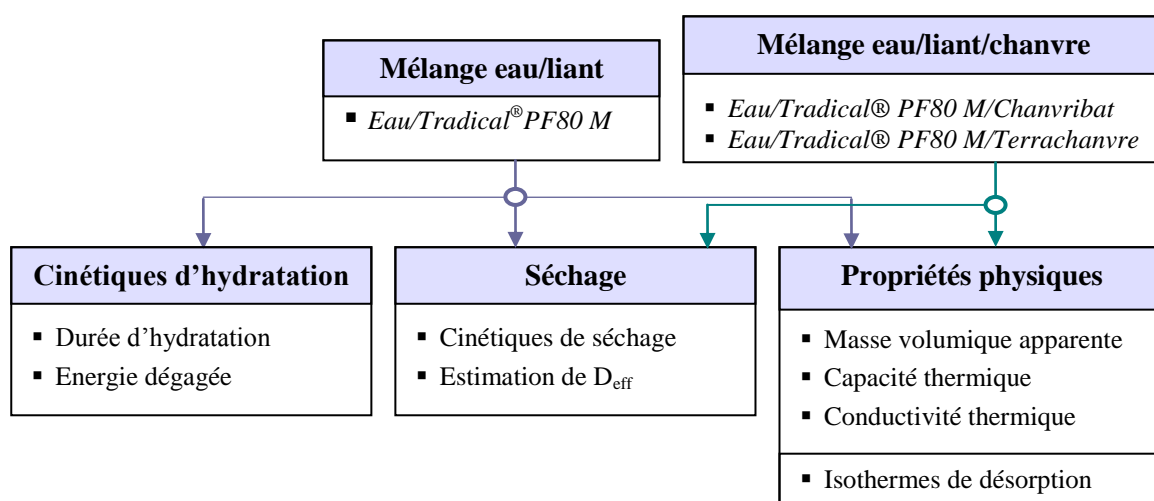


Figure II.5 : Caractérisation des matériaux.

Les compositions et les proportions massiques des différents constituants sont indiquées dans le Tableau II.2:

Tableau II.2 : Composition massique du liant et du mélange chanvre/chaux.

	Tradical® PF80 M	Chènevotte	Eau
Liant	71,4%	-	28,6%
Mélange chanvre/chaux	51%	8%	41%

En ce qui concerne les éprouvettes de liant, après dosage des constituants, les mélanges sont préparés dans un malaxeur d'une capacité de 2 kg. Les constituants (eau et liant) sont mélangés pendant 2 à 3 minutes pour obtenir une bonne homogénéisation de la pâte et limiter l'évaporation de l'eau.

Pour les mélanges chanvre/chaux le protocole expérimental proposé par Collet (2004) est exploité. Ce dernier tient compte de l'affinité importante de la chènevotte à l'eau. Le liant et l'eau sont d'abord mélangés dans le malaxeur pendant 2 à 3 minutes ce qui permet une hydratation convenable du liant. Le granulat de chanvre est ensuite progressivement ajouté tout en continuant à malaxer l'ensemble pendant 3 minutes. Les produits sont coulés manuellement dans des creusets de section 10×10 cm² dont la profondeur peut varier de 2 à 4 cm (Figure II.6). Le séchage est alors réalisé immédiatement, ou quelques heures après confinement dans un film imperméable. Une fois que les matériaux sont sortis du séchoir, ils sont démoulés et introduits en étuve à 60°C. Ils sont considérés secs quand leur masse est stable à 0,1% entre deux mesures successives à 48 heures d'intervalle. Les éprouvettes se présentent alors sous forme de plaques planes qui peuvent être exploitées pour la mesure de propriétés. La balance utilisée pour la pesée est d'une précision de ±0,01 g.



Figure II.6 : Echantillons du mélange chanvre/chaux (a) : à l'état frais, (b) : après séchage.

La masse volumique apparente sèche est déterminée indirectement à partir de la masse sèche et du volume apparent des échantillons (équation II.3). Les volumes apparents sont déterminés à l'aide d'un pied à coulisse numérique qui permet une lecture directe avec une précision de ± 0,01 mm. Chaque dimension est calculée à partir d'une moyenne de trois mesures.

$$\rho_s = \frac{m_s}{V} \quad (\text{II.3})$$

Le remplissage manuel des creusets ne garantit pas une reproductibilité précise des masses volumiques apparentes. Ces valeurs varient entre 1200 et 1300 kg.m⁻³ pour le liant Tradical® PF80 M et entre 650 et 750 kg.m⁻³ pour le mélange chanvre/chaux quelque soit le granulat de chanvre employé.

II.2 Mesures des isothermes de désorption

II.2.1 Méthode de mesure

L'analyse des cinétiques de séchage nécessite de disposer des isothermes de désorption des matériaux. Ces dernières sont l'expression macroscopique facilement mesurable des interactions entre la surface poreuse des matériaux et les molécules d'eau adsorbées. Plusieurs méthodes gravimétriques, basées sur un suivi de masse, permettent de les obtenir. Elles sont classées en deux catégories :

- les méthodes statiques
- et les méthodes dynamiques.

Afin de déterminer ces caractéristiques, les deux méthodes statique et dynamique ont été employées. La première est exploitable pour des éprouvettes de volume élémentaire représentatif relativement grand. Elle consiste à placer le produit dans une enceinte dont la température et l'humidité relative sont régulées. Dans notre cas, le maintien de l'humidité a été assuré par des solutions salines concentrées (Figure II.7) et l'ensemble est à une température moyenne de $22\pm 3^{\circ}\text{C}$. La masse des échantillons pour chaque palier d'humidité est obtenue par pesée à l'extérieur de l'enceinte à l'aide d'une balance d'une précision de 0,1 mg. L'équilibre hydrique est considéré atteint lorsque la masse de l'échantillon n'évolue plus entre trois mesures successives de 5 jours d'intervalle.

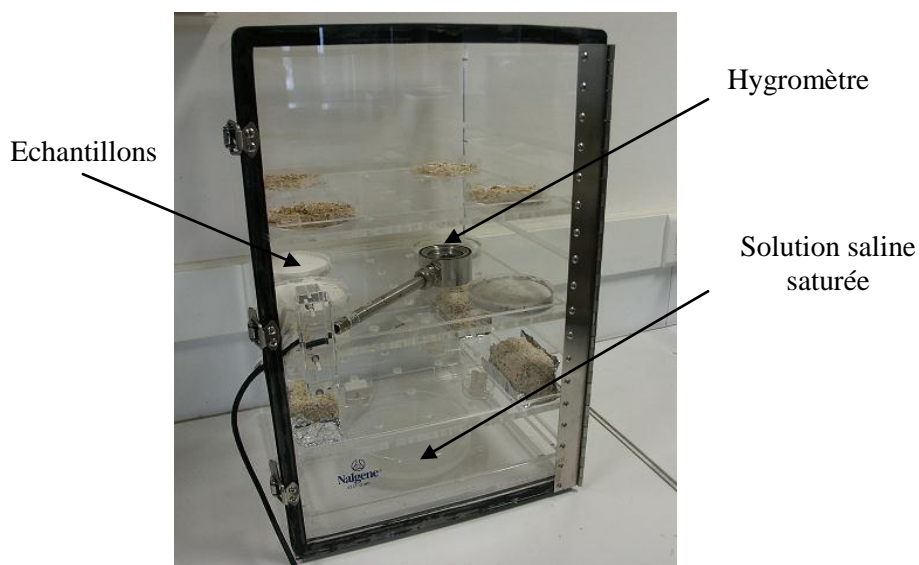


Figure II.7 : Enceinte expérimentale pour les solutions salines.

On a également employé la méthode dynamique DVS (Dynamic Vapor Sorption) pour déterminer les isothermes de sorption des liants Tradical[®]PF80 M. Cette technique est basée sur le suivi de la prise ou de la perte de masse d'un échantillon à l'aide d'une microbalance de type Cahn d'une précision de $\pm 5 \mu\text{g}$ placée dans une enceinte régulée en température. Cet appareil permet de mesurer les isothermes d'adsorption / désorption des échantillons de quelques milligrammes et ainsi réduire les temps d'équilibre et d'expérimentation. Les paliers

d'humidité relative ont été choisis sur un intervalle de 90% à 0% avec un pas de 10% et la température moyenne de l'ensemble est de $25 \pm 0,2^\circ\text{C}$. La précision obtenue sur l'humidité relative est de $\pm 0,4\%$. Le critère d'équilibre est défini sur la dérivée de la masse par rapport au temps.

II.2.2 Isothermes de désorption du liant Tradical® PF80 M

Les mesures sont effectuées sur des mélanges frais (état pâteux) et sur des éprouvettes qui après stabilisation (séchage) ont été saturées en eau.

II.2.2.1 Liant stabilisé

Les mesures par la méthode des solutions salines ont été effectuées sur trois éprouvettes fabriquées selon le protocole expérimental décrit précédemment.

Après un séchage en étuve à une température de 60°C (afin de déterminer la masse sèche initiale), ces éprouvettes d'un volume moyen de 8 cm^3 ont subi une imbibition capillaire (contact direct avec l'eau à pression atmosphérique pendant 24 h). La teneur en eau moyenne atteinte par imbibition est de $0,234 \pm 0,008\text{ kg.kg}^{-1}$. Les échantillons sont, par la suite, exposés à des paliers d'humidité relative allant de 93% à 8%. La masse des échantillons à 0% est déterminée en les séchant en étuve à 60°C et en les plaçant, jusqu'à l'équilibre, dans une enceinte hermétique en présence des cristaux du gel de silice.

Au cours du premier processus de désorption, nous avons enregistré un écart d'une moyenne de $1,62 \pm 0,20\%$ entre les masses sèches initiales et les masses sèches en fin de désorption. En réalisant une seconde désorption sur les mêmes échantillons, nous constatons à nouveau un écart moyen de $1,00 \pm 0,06\%$ entre les masses sèches mesurées en fin de la première et celles de la seconde désorption (voir Tableau II.3). Ces gains de masse enregistrés sont probablement liés aux phénomènes de carbonatation des hydrates, favorisés à des humidités relatives allant de 30 à 80%. En effet, les réactions de carbonatation peuvent avoir lieu suite à l'exposition prolongée des échantillons au gaz carbonique de l'air (souvent plusieurs semaines pour atteindre l'équilibre sur un palier d'humidité). Collet (2004) observe le même phénomène et l'explique par un piégeage des molécules d'eau lors de la désorption ou à une réaction chimique entre les molécules d'eau et le milieu poreux.

Tableau II.3 : Les grandeurs caractéristiques des liants Tradical® PF80 M « état durci ».

Eprouvettes du liant Tradical® PF80 M	PF 80 - 11	PF 80 - 12	PF 80 - 13
Masse sèche initiale (g)	9,770	10,218	10,054
Masse après imbibition (g)	12,126	12,532	12,423
Teneur en eau après imbibition (g/g b.s.)	0,241	0,226	0,236
Masse sèche finale de la 1 ^{ère} désorption (g)*	9,922	10,389	10,219
Gain en masse au cours de la 1 ^{ère} désorption (%)	1,56	1,67	1,64
Masse sèche finale de la 2 ^{ème} désorption (g)	10,014	10,496	10,325
Gain en masse au cours de la 2 ^{ème} désorption (%)	0,93	1,03	1,04
Volume des échantillons (cm^3)	$7,60 \pm 0,43$	$7,95 \pm 0,71$	$7,79 \pm 0,40$

* la masse sèche finale de la 1^{ère} désorption est égale à la masse sèche initiale de la 2^{ème} désorption.

La Figure II.8 présente les isothermes de désorption des liants durcis. Il est important de préciser que les teneurs en eau à chaque palier d'humidité relative correspondent à une moyenne des mesures réalisées sur les trois échantillons.

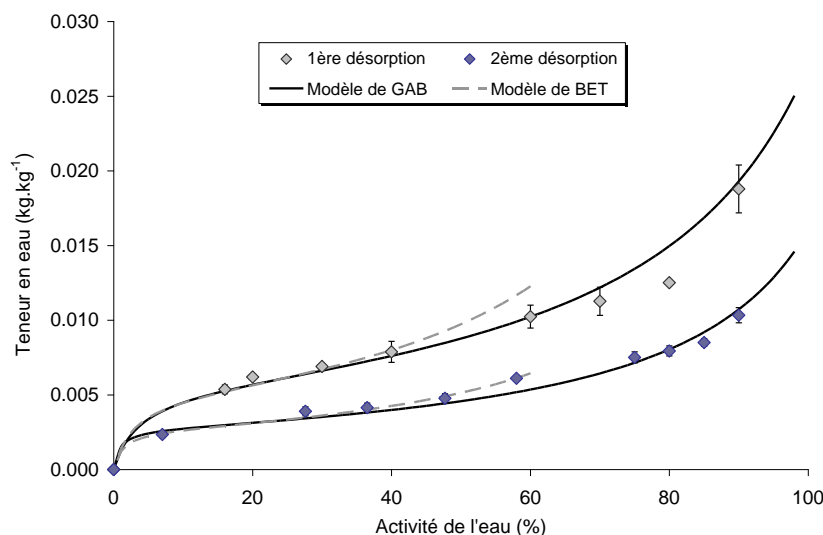


Figure II.8 : Isothermes de désorption du liant durci Tradical® PF80 M.

Les isothermes obtenues sont reproductibles sauf aux humidités de l'air les plus élevées où les teneurs en eau sont plus dispersées (un écart type de 0,0016 kg.kg⁻¹ est enregistré à 90% d'humidité relative au cours de la première désorption).

La comparaison de ces courbes à celles de la classification de l'I.U.P.A.C (chapitre I- §I.2.3), montre une grande similitude avec les isothermes de type II (convexité dans la zone de faibles humidités relatives, inflexion des courbes et absence de palier aux fortes humidités relatives).

On remarque qu'au cours de la première désorption, environ 85±2% de la quantité d'eau totale présente dans les matériaux est évacuée au cours de la mise en équilibre à 90%.

Pour les mêmes humidités relatives, on remarque que les teneurs en eau de la deuxième désorption sont plus faibles. En conséquence, on peut considérer que le liant Tradical® PF80 M est faiblement hygroscopique avec une hygroscopicité qui évolue avec l'âge des matériaux. La condensation capillaire n'a lieu qu'aux très hautes humidités relatives. Une partie très importante du réseau poreux reste non remplie d'eau liquide pour des humidités relatives inférieures à 90%.

Afin d'évaluer le stade de carbonatation des échantillons après désorption, un colorant sensible au pH (phénophtaléine) a été utilisé. A titre d'exemple, la Figure II.9 présente des photos réalisées sur deux coupes fraîches de liant. La première coupe correspond à un échantillon récemment fabriqué (âgé de 3 mois), et la seconde correspond à l'un des échantillons ayant subi deux désorptions (âgé de 2 années environ). Un changement de couleur est constaté sur toute la fracture du premier échantillon, ce qui indique que la zone est non carbonatée (l'indicateur vire au violet). Quant au second, une légère coloration en rose est

enregistrée au centre de la fracture et les parties proches des interfaces sont restées incolores (pH proche de 9), on peut considérer que la carbonatation du matériau est à un stade avancé.



Figure II.9 : Evaluation de la carbonatation des matériaux à l'aide de la phénophtaléine.

II.2.2.2 Liant initialement à l'état frais

Les isothermes de désorption sont déterminées pour des éprouvettes du liant Tradical®PF80M initialement à l'état frais (mélange eau/liant). Deux méthodes sont employées, la méthode des solutions salines et la méthode DVS.

A l'inverse de la première méthode qui nécessite un temps de mise en équilibre très important, la méthode DVS est appliquée sur des échantillons de quelques milligrammes. La faible masse de ces derniers permet de réduire la durée de mise en équilibre à quelques heures et donc de se rapprocher de la durée réelle d'une cinétique de séchage convectif. Toutefois, le volume très faible des échantillons risque d'être non représentatif de la distribution de la tailles des pores et de la forme du réseau poreux, et ainsi des phénomènes de transport d'humidité qui sont principalement liées à ces paramètres.

Deux éprouvettes de liant (PF80 M -21 et -22) d'une masse moyenne de $60,55 \pm 0,44$ g sont exposées dès leur jeune âge à des paliers d'humidité relative allant de 93% à 8% contrôlés par des solutions salines. Un troisième échantillon (PF80 M-23) de masse initiale 0,0439 g subit, par la méthode DVS, une désorption suivie d'une adsorption puis d'une deuxième désorption.

Les données relatives aux masses initiales et sèches, les teneurs en eau et les volumes des échantillons sont rassemblées dans le Tableau II.4.

Tableau II.4 : Grandeurs caractéristiques des liants Tradical®PF80 M « état initial frais ».

Méthode de détermination des isothermes de sorption	Solutions salines		Méthode DVS
Tradical®PF80 M	PF80 M-21	PF80 M-22	PF80 M-23
Masse initiale (g)	60,858	60,240	0,04386
Masse sèche après la 1 ^{ère} désorption (g)	54,818	54,337	0,03851
W initial (kg/kg b.s.)	0,272	0,272	0,139
Volume des échantillons (cm ³)	39,8±8,1	35,3±1,6	-
Masse sèche après la 2 ^{ème} désorption (g)	-	-	0,03852

Les échantillons PF80-21 et PF80-22 sont initialement à une teneur en eau moyenne de $0,272 \text{ kg.kg}^{-1}$. Cette dernière est calculée à partir des masses sèches mesurées en fin de désorption. Quant à l'échantillon PF80-23, sa teneur en eau initiale est plus faible

(0,139 kg.kg⁻¹), ce qui est dû probablement à l'hétérogénéité de la distribution de l'eau dans le liant à l'échelle des milligrammes.

Les isothermes d'adsorption et de désorption de la pâte de liant Tradical®PF80 obtenues par la méthode DVS sont comparées à la désorption lente (méthode des solutions salines) sur la Figure II.10. A l'exception des dispersions constatées à 90% d'humidité relative les évolutions sont similaires. Elles ont une forme sigmoïdale, comparable à celles des matériaux durcis.

Pour les échantillons PF80 M-21 et PF80 M-22, environ 69% de leur masse d'eau initiale est évacuée au cours de la mise en équilibre à 90% d'humidité relative (la valeur est calculée à partir d'un rapport massique d'eau/liant de 0,4). Les 31% d'eau restante représentent l'eau chimiquement liée et l'eau évaporée entre 90% et 0% d'humidité relative. En même temps que la désorption, les matériaux subissent une carbonatation due à la présence du gaz carbonique (CO₂) dans l'air. En état actuel de l'expérimentation, il est difficile de distinguer la quantité d'eau chimiquement liée par hydratation du gain de masse dû à la carbonatation des hydrates.

Comme nous l'avons déjà mentionnés, l'intérêt principal de la méthode DVS réside dans la durée très courte d'expérimentation (6 jours) et l'absence du CO₂ dans le gaz de balayage (mélange azote / vapeur d'eau). En examinant les courbes d'adsorption / désorption de l'échantillon PF80 M-23, on remarque qu'elles ne sont pas réversibles, une hystérésis est formée entre les deux courbes sur tout le domaine d'humidité relative. Ce phénomène est lié, selon Boraghet-Bouny (1994), aux processus physico-chimiques qui viennent se superposer à la sorption physique (mouvement d'eau fortement liée aux hydrates). Il apparaît clairement que l'hystérésis rencontrée est de type H3 selon la classification de l'I.U.P.A.C (1985). Cette hystérésis se rétrécit au cours de la seconde désorption pour des humidités relatives supérieures à 70% (phénomène induit par l'écart important entre les teneurs en eau initiales du premier cycle de désorption et celles du deuxième cycle influant souvent le mode de transport de l'eau dans le matériau).

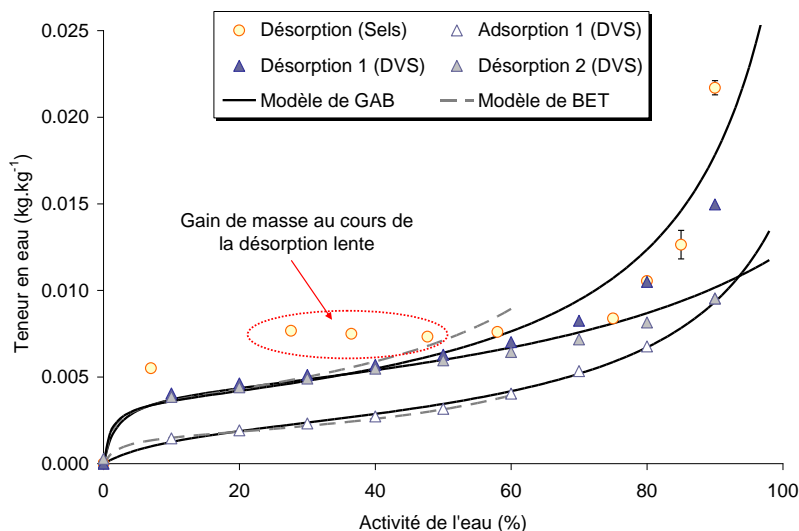


Figure II.10 : Isothermes de désorption et d'adsorption du liant Tradical®PF80 M initialement à l'état frais.

II.2.2.3 Modèle

Les mesures expérimentales des isothermes de désorption sont lissées par les modèles BET et GAB dont les expressions sont données par le Tableau II.5. Il est important de préciser que le modèle BET décrit correctement la sorption en multicouche pour des humidités relatives inférieures à 60%, quant au modèle de GAB qui est une extension du modèle de BET, il est largement utilisé car il est appliqué à un domaine d'humidité relative étendu entre 5 et 95%.

Tableau II.5 : Modèles des isothermes de sorption.

Modèle	Equation	Paramètres
GAB	$W = \frac{W_{\text{hyg}} C K a_w}{(1 - K a_w)(1 - K a_w + C K a_w)}$	W_{hyg} : teneur en eau hygroscopique. C : constante de Guggenheim liée à la chaleur de sorption de la monocouche. K : facteur de correction des propriétés des molécules des multicouches.
BET	$W = \frac{W_{\text{hyg}} C a_w}{(1 - a_w)(1 + (C - 1) a_w)}$	

L'ajustement des deux modèles aux valeurs expérimentales est réalisé à l'aide d'une procédure de minimisation. Sur le Tableau II.6 sont rassemblés les paramètres estimés à partir des différentes isothermes de désorption des deux liants.

Tableau II.6 : Paramètres des modèles de GAB et de BET.

Tradical®	Méthodes		Modèle de BET		Modèle de GAB		
			C	W_{hyg}	C	W_{hyg}	K
PF80 : Etat durci	Solutions salines	1 ^{ère} dés.	36,76	0,0050	34,37	0,0055	0,798
		2 ^{ème} dés.	83,78	0,0026	138,64	0,0027	0,832
PF80 : Etat initial frais	DVS	1 ^{ère} dés.	101,82	0,0037	106,74	0,0036	0,887
		1 ^{ère} ads.	47,40	0,0016	11,57	0,0022	0,856
		2 ^{ème} dés.	87,36	0,0036	74,47	0,0041	0,667
	Solutions salines	1 ^{ère} dés.	92,19	0,0050	58,69	0,0050	0,838
PF70 : Etat durci	Solutions salines	1 ^{ère} dés.	60,00	0,0110	66,54	0,0116	0,852
		2 ^{ème} dés.	85,57	0,0054	87,79	0,0061	0,875
PF70 : Etat initial frais	DVS	1 ^{ère} dés.	96,17	0,0160	112,56	0,0172	0,855
		1 ^{ère} ads.	25,80	0,0076	10,62	0,0097	0,881
		2 ^{ème} dés.	110,00	0,0140	115,41	0,0166	0,747
	Solutions salines	1 ^{ère} dés.	20,74	0,0168	20,7	0,0170	0,918

On remarque que le modèle de GAB permet une bonne représentation de la teneur en eau sur une plage d'humidité assez large (93% à 0%) pour l'ensemble des expérimentations.

II.2.3 Isothermes de désorption des particules végétales

Les isothermes de désorption des granulats de chènevottes ont été déterminées par la méthode des solutions salines. Les granulats de chanvre préalablement nettoyés, séchés puis imbibés

d'eau distillée sont donc placés dans une enceinte où le degré d'humidité relative est de plus en plus faible (de 93% à 8%) à une température d'air moyenne de $23 \pm 2^\circ\text{C}$.

La Figure II.11 présente une comparaison des isothermes de désorption des deux types de granulats de chanvre. On remarque qu'elles sont superposées sur tout le domaine d'humidité relative à l'exception du premier point à 90% où un écart de teneur en eau d'une valeur de $0,01 \text{ kg.kg}^{-1}$ est enregistré. Les deux types de granulats sont beaucoup plus hygroscopiques que le liant PF80 M. Cette hygroscopicité importante est certainement liée à la forte porosité inter et intra granulaires des particules de chanvre.

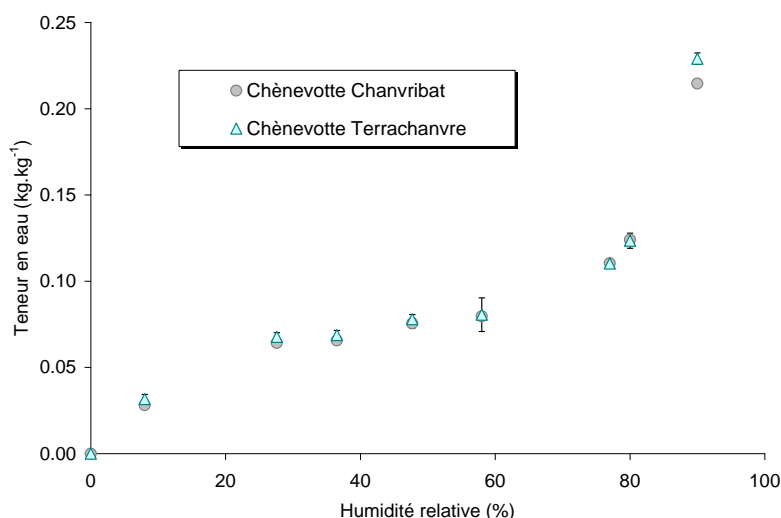


Figure II.11 : Isothermes de désorption des particules de chanvre.

II.2.4 Isothermes de désorption des mélanges chanvre/chaux

Les mesures pour les mélanges chanvre/Tradical® PF80 M ont été réalisées par la méthode des solutions salines sur des éprouvettes stabilisées (matériaux durcis). Une méthodologie similaire à celle des liants est utilisée. Après séchage des éprouvettes, elles subissent une saturation partielle par imbibition à pression atmosphérique. Les matériaux à base de Terrachanvre (C.T/C) atteignent une teneur en eau moyenne de $0,47 \text{ kg.kg}^{-1}$ et ceux à base de granulat de Chanvribat (C.C/C) ont une teneur en eau initiale de $0,42 \text{ kg.kg}^{-1}$ (valeurs calculées à partir des masses sèches en fin de désorption). Ces teneurs en eau atteintes par imbibition sont inférieures à celle des matériaux frais ($0,69 \text{ kg.kg}^{-1}$).

Pour les matériaux C.T/C deux cycles ont été observés : une première désorption puis une seconde. Les données relatives aux grandeurs des échantillons testés sont reportées dans le Tableau II.7.

Tableau II.7 : Grandeurs caractéristiques des mélanges chanvre/Tradical® PF80 M.

Mélange chanvre/Tradical PF80 M	Terrachanvre		Chanvribat	
	C.T/C -1	C.T/C -2	C.C/C -1	C.C/C -2
Masse initiale (g)	78,562	67,342	96,155	89,032
Masse sèche après la 1 ^{ère} désorption (g)	80,907	69,276	98,990	91,459

W initial (kg/kg b.s.)	0,487	0,454	0,429	0,402
Gain en masse au cours de la 1 ^{ère} désorption (%)	2,985	2,872	3,007	2,763
Masse sèche après la 2 ^{ème} désorption (g)	82,729	70,563	-	-
Gain en masse au cours de la 2 ^{ème} désorption (%)	2,252	1,857	-	-

Un gain de masse d'environ 3% est enregistré à la fin de la 1^{ère} désorption. Au cours de la seconde désorption des mélanges C.T/C, le gain de masse devient moins important (soit environ 2%).

Les isothermes de désorption sont reportées sur la Figure II.12. On constate que les teneurs en eau des mélanges C.C/C et C.T/C aux différents points d'humidités relative sont très proches à l'exception des dispersions enregistrée à 90% d'humidité relative.

Le transport par capillarité reste très important malgré la présence relativement importante des macro-pores intra-granulaires, soit 85% de la quantité d'eau initialement absorbée est évacuée aux cours de la mise en équilibre à 90% d'humidité relative.

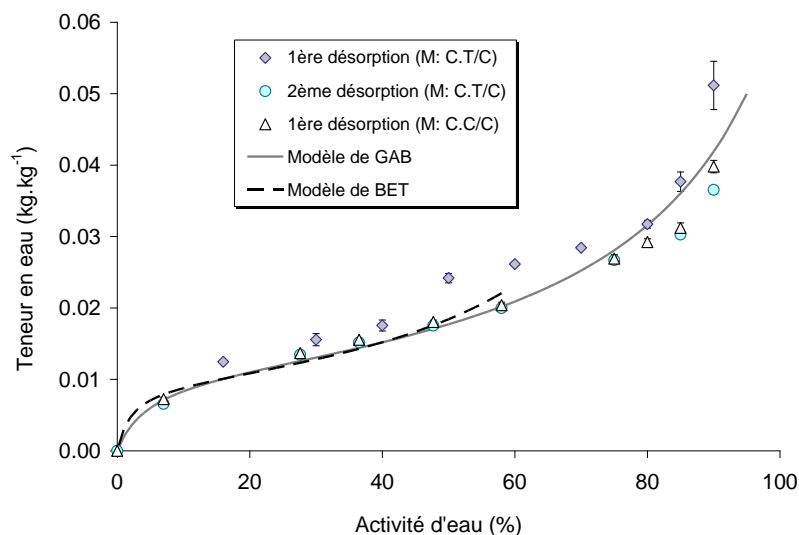


Figure II.12 : Isotherme de désorption des mélanges chanvre/Tradical® PF80 M.

L'allure des courbes est sigmoïdale. Elles peuvent être correctement représentées avec le modèle de GAB sur tout le domaine d'humidité relative et avec le modèle de BET pour des humidités relatives inférieures à 60% (Tableau II.8).

Tableau II.8 : Paramètres des modèles de GAB et de BET.

Modèle de BET		Modèle de GAB		
C	W _{hyg}	C	W _{hyg}	K
47,120	0,0094	25,410	0,0110	0,823

II.3 Mesure des propriétés thermophysiques

II.3.1 Conductivités thermiques

II.3.1.1 Méthode de mesure

Les conductivités thermiques des plaques de liant et de chanvre/chaux ont été obtenues par la technique de la plaque chaude gardée (Pratt *et al.*, 1969, De Ponte *et* Klarsfeld, 2002). Le principe de base de la méthode est d'imposer, en régime permanent, un écart de température ΔT entre les deux faces d'un échantillon de forme parallélépipédique.

Dans le montage asymétrique développé au laboratoire (Carré *et* Le Gall, 1990), l'écart de température est assuré par une circulation d'eau au niveau des plaques « chaude » et « froide » en cuivre (Figure II.13). Des thermocouples sont placés de part et d'autre de l'échantillon : à la surface de la résistance chauffante et de la plaque froide. Pour s'assurer d'un transfert de chaleur unidirectionnel, une condition adiabatique est imposée sur les faces latérales et du côté plaque chaude. Lorsque le régime permanent est atteint, la conductivité thermique est donnée par l'équation de Fourier :

$$\lambda = \frac{\Phi e}{S \Delta T} \quad (\text{II.4})$$

où Φ est le flux de chaleur généré par la résistance chauffante, S la surface transversale des éprouvettes et e l'épaisseur.

L'incertitude de la méthode est estimée à 10% avec une planéité parfaite de l'échantillon.

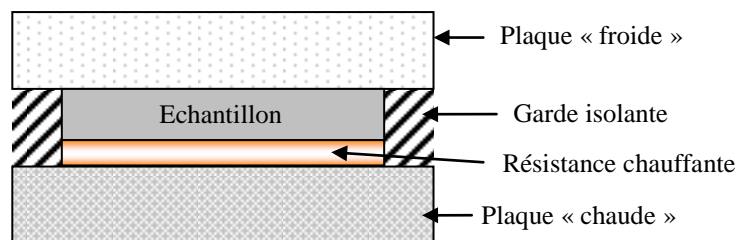


Figure II.13 : Dispositif de mesure de la conductivité thermique « plaque chaude gardée ».

II.3.1.2 Résultats

La Figure II.14 présente les valeurs des conductivités thermiques des différents matériaux à l'état sec et à une température moyenne de 20°C. Les résultats montrent que pour une masse volumique de 1400 kg.m⁻³ et 0% d'humidité relative, la conductivité thermique moyenne du liant Tradical PF80 est 0,24 W.m⁻¹.K⁻¹. Cette valeur est inférieure à celle mesurée par Samri (2008) sur le même type du matériau et la même masse volumique ($\lambda = 0,28 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$).

Les conductivités thermiques des mélanges chanvre /chaux sont variables selon la nature de granulat de chanvre. A l'état sec, elles sont en moyenne de 0,12 W.m⁻¹.K⁻¹ pour les mélanges C.T/C et 0,14 W.m⁻¹.K⁻¹ pour les mélanges C.C/C.

Les conductivités thermiques des granulats de chanvre données à titre indicatif correspondent à des mesures réalisées par la méthode du fil chaud sur des matériaux en vrac (Glouannec et al., 2011).

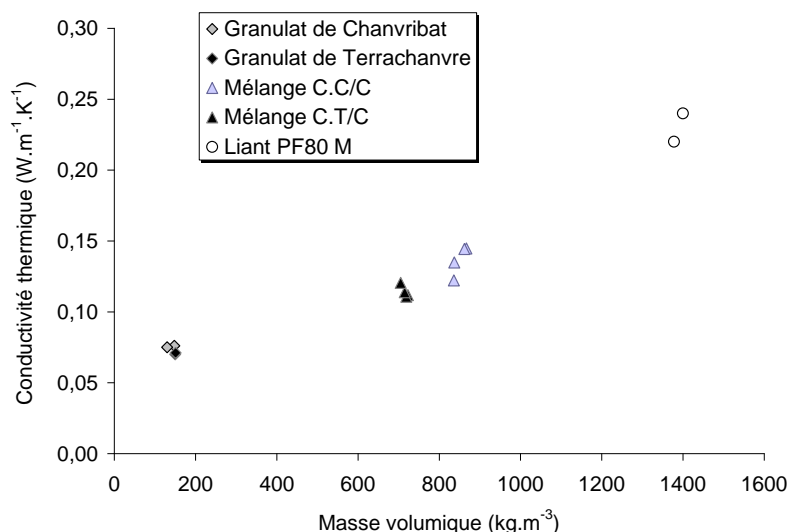


Figure II.14 : Valeurs des conductivités thermiques à l'état sec et à 20°C.

On constate sur la Figure II.15 les évolutions quasi-linéaires des conductivités thermiques des différents matériaux avec l'humidité relative.

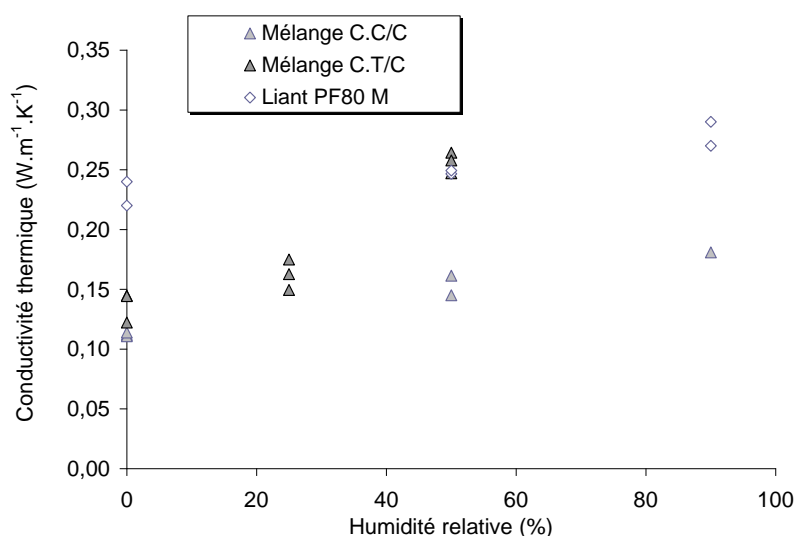


Figure II.15 : Valeurs des conductivités thermiques en fonction de l'hygrométrie ambiante à 20°C.

II.3.2 Chaleur massique

II.3.2.1 Méthodes de mesure

La chaleur massique à pression constante d'un matériau à N constituants peut être exprimée par la relation d'additivité suivante :

$$C_p = \sum_{i=1}^N (M_i C_{p_i}) \quad (\text{II.5})$$

où M_i et Cp_i sont respectivement la fraction massique et la chaleur massique intrinsèque du constituant i .

Quelques mesures sur les liants ont été réalisées par DSC sinon, du fait de l'hétérogénéité des matériaux un microcalorimètre a été utilisé. Le principe de la mesure pour les deux équipements est similaire, il s'agit d'imposer un cycle de montée et de descente en température à l'échantillon et à mesurer le flux de chaleur entre une cellule contenant le matériau et une cellule de référence vide. Pour obtenir la ligne de base, une deuxième mesure avec deux cellules vides est également réalisée.

La chaleur massique peut alors se déduire de la mesure du flux de chaleur échangé par la cellule contenant l'échantillon :

$$Cp = \frac{\left(\frac{dH}{dt}\right)}{m\left(\frac{dT}{dt}\right)} \quad (\text{II.6})$$

où (dH/dt) est le flux de chaleur ; m est la masse de l'échantillon et (dT/dt) est la vitesse de balayage en température.

Pour limiter l'erreur sur la vitesse de balayage (incidence directe sur la dérive du flux) lors de l'utilisation de la DSC, une mesure supplémentaire a été effectuée dans les mêmes conditions avec du saphir (C_p parfaitement connu). La chaleur massique de l'échantillon est alors déduite de la relation :

$$C_p = C_{p_{\text{saphir}}} \frac{m_{\text{saphir}}}{m_{\text{échantillon}}} \frac{\left(\frac{dH}{dt}\right)_{\text{échantillon}}}{\left(\frac{dH}{dt}\right)_{\text{saphir}}} \quad (\text{II.7})$$

La reproductibilité des résultats est vérifiée en effectuant trois tests pour chaque matériau suivant le même protocole.

Pour les mesures par DSC, la masse moyenne des échantillons est de l'ordre de 20 mg et la vitesse de chauffe durant la montée en température est de $5^\circ\text{C}.\text{min}^{-1}$.

En ce qui concerne le microcalorimètre utilisé (SETARAM μ DSC 3), le volume des cellules étant de 1 ml, on peut utiliser des masses plus importantes et ainsi avoir des échantillons plus représentatifs des matériaux étudiés. Le Tableau II.9 donne les masses moyennes des échantillons. Les mesures sont réalisées cellule fermée avec une vitesse de $0,2^\circ\text{C}.\text{min}^{-1}$.

Tableau II.9 : Les masses des échantillons étudiés par micro calorimètre.

	Granulat de Chanvribat (C.C)	Granulat de chanvre fibré (C.T)	Liant PF80 M	Mélange C.C/C	Mélange C.T/C
Masse moyenne des échantillons (mg)	120	120	890	370	370

II.3.2.2 Résultats

▪ Liant PF80 M

Les mesures effectuées sur le liant PF80 M à l'état sec par DSC et par microcalorimètre sont reportées sur la Figure II.16. On obtient des évolutions quasi linéaires de la chaleur massique avec la température. Même si les mesures faites par les deux méthodes sont dans des plages de températures différentes, les valeurs obtenues sont très proches.

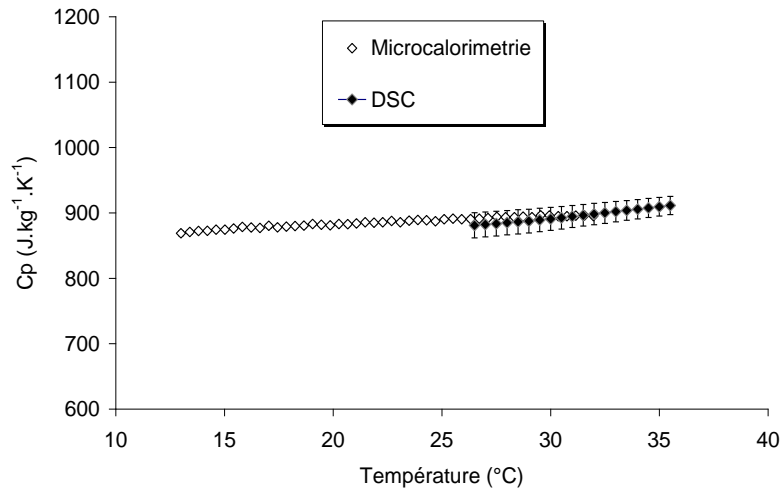


Figure II.16 : Evolution des chaleurs massiques du liant PF80 M avec la température.

▪ Granulats de chanvre

Les chaleurs massiques des granulats de Chanvribat et Terrachanvre à l'état sec sont mesurées par le microcalorimètre. L'observation de la Figure II.17 montre que les valeurs de la chaleur massique du granulats de Terrachanvre sont sensiblement plus importantes.

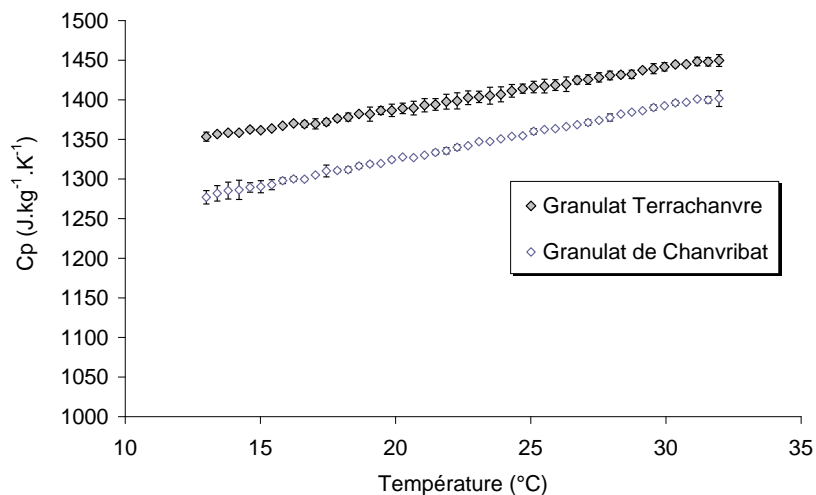


Figure II.17 : Evolution des chaleurs massiques du liant PF80 M avec la température.

■ Mélanges chanvre/chaux

La Figure II.18 présente les chaleurs massiques des mélanges chanvre/chaux. Les matériaux à base de granulat de Terrachanvre présentent une chaleur massique légèrement plus grande que celle des matériaux fabriqués avec le granulat Chavribat.

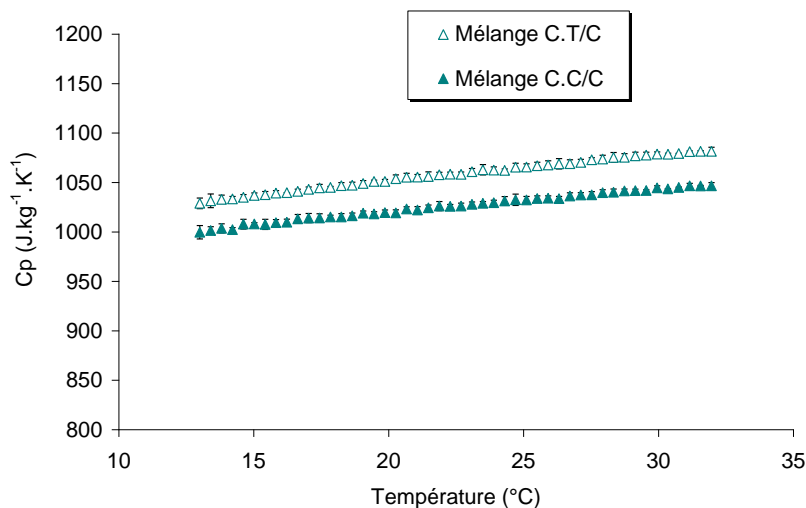


Figure II.18 : Evolution des chaleurs massiques des mélanges chanvre/Tradical® PF80 M avec la température.

Le Tableau II.10 présente une synthèse des chaleurs massiques des différents matériaux à l'état sec et à une température de 25°C.

Tableau II.10 : Chaleur massique à Hr = 0% et T = 25°C.

	Granulat de Chanvribat (C.C)	Granulat de chanvre fibré (C.T)	Liant PF80 M	Mélange C.C/C	Mélange C.T/C
Cp (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	1350	1400	890	1035	1067

II.4 Conclusion

Les résultats établis nous permettent d'avoir une base de données nécessaire à la simulation numérique du comportement thermo-hydrigue des matériaux étudiés. Les mesures des cinétiques d'hydratation ont montré que la chaleur dégagée est faible et qu'en présence d'une quantité d'eau suffisante on peut considérer qu'au bout de 48 heures la réaction est achevée et donc négliger l'interaction entre ces phénomènes réactionnels et ceux liés au séchage.

Le second point important concerne les isothermes de désorption. A partir de l'étude réalisée sur des échantillons initialement frais et d'autres stabilisés on a vu que les liants et mélanges chanvre/chaux sont des matériaux peu hygroscopiques avec des isothermes qui évoluent avec le temps à cause des réactions de carbonatation qui confèrent un gain de masse aux échantillons. La concordance des isothermes obtenues avec celle de type II de la classification de l'IUPAC permet de confirmer la macroporosité des matériaux.

CHAPITRE 3 :

MESURE ET ANALYSE DES CINETIQUES DE SECHAGE EXPERIMENTALES

III. Mesure et analyse des cinétiques de séchage expérimentales

Afin de bien appréhender le comportement thermo-hydrigue des matériaux à l'issue de la mise en œuvre, des cinétiques de séchage sont mesurées sous différentes conditions. Des essais sont ainsi menés avec des conditions aérothermiques (température, humidité et vitesse d'air) et des conditions initiales (température et teneur en eau initiales du produit) différentes.

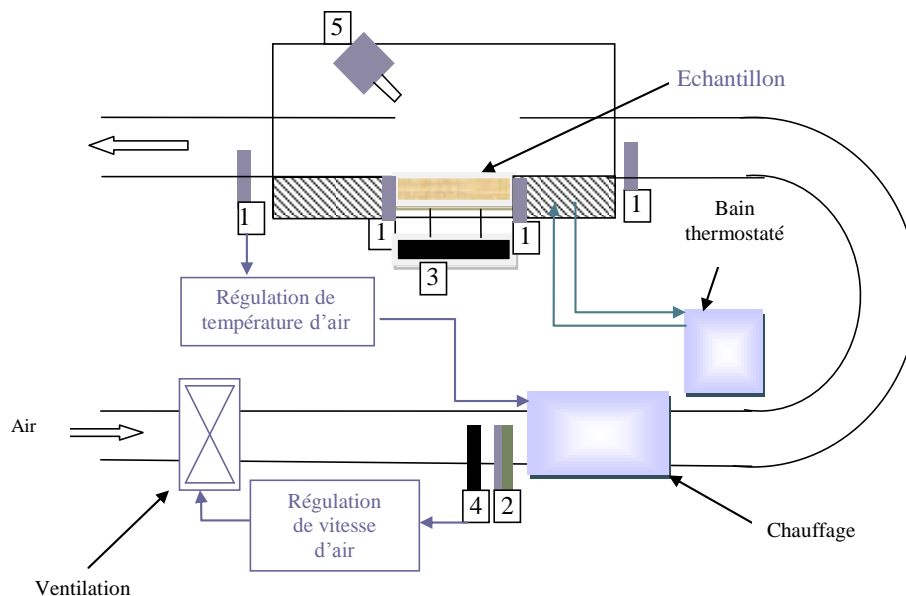
Dans un premier temps, nous décrivons le protocole expérimental et le pilote de séchage utilisés pour maîtriser au mieux ces divers paramètres au cours des expérimentations. La seconde partie du chapitre est consacrée à une présentation et une analyse de différents essais.

III.1 Banc de séchage

Pour mesurer expérimentalement les cinétiques de séchage, nous avons utilisé un séchoir pilote conçu au sein du laboratoire (Glouannec et al, 2002). Ce séchoir rend possible la détermination des cinétiques de séchage dans différentes conditions de température et de vitesse d'air. En effet, une métrologie importante a été définie et mise en place (capteurs de température, balance, anémomètre, capteurs d'humidité...) afin d'obtenir toutes les informations nécessaires.

Les produits à sécher sont disposés dans des creusets de surface intérieure de $10 \times 10 \text{ cm}^2$ et de profondeur variable. Uniquement la face supérieure des éprouvettes est soumise à un flux d'air dont la vitesse et la température sont régulées par le biais de résistances chauffantes et d'un ventilateur à débit contrôlé. Un serpentin en inox disposé autour du creuset permet de se rapprocher de conditions adiabatiques au niveau des faces latérales et de la face inférieure du produit. Dans ce cas, on fait circuler dans le serpentin de l'eau à une température proche de la moyenne des températures mesurées dans le produit.

Avec ce dispositif, on peut considérer que les transferts thermiques et massiques au sein du matériau sont unidirectionnels.



1 : thermocouples ; 2 : hygromètre ; 3 : balance ; 4 : anémomètre ; 5 : pyromètre

Figure III.1 : Pilote de séchage.

III.1.1 Mesure des sollicitations extérieures

La vitesse d'air est mesurée à l'aide d'un anémomètre à fil chaud disposé avant la batterie de chauffage. L'instrument mesure des vitesses d'air entre 0 et 6 m.s⁻¹ avec une précision de 0,2 m.s⁻¹ et fournit une tension comprise entre 0 et 10 V proportionnelle à la mesure. Un étalonnage préalable permet d'établir la correspondance entre les vitesses d'air dans la section de mesure et l'enceinte. Le contrôle de la vitesse d'air est assuré par un régulateur qui reçoit la mesure de l'anémomètre et pilote le ventilateur.

La température d'air est relevée en entrée et en sortie de l'enceinte à l'aide de thermocouples de type K. Le thermocouple en sortie est relié à un régulateur qui pilote la batterie de chauffage.

L'humidité de l'air est déterminée à l'aide d'un transmetteur doté d'une sonde placée avant la batterie de chauffage. Un élément PT100 intégré parallèlement à la sonde d'humidité, permet de mesurer la température sèche. En connaissant l'humidité relative et la température sèche dans la section de mesure, on en déduit l'humidité relative dans l'enceinte.

III.1.2 Mesure des grandeurs d'état du produit

Afin de connaître la réponse thermo-hydrigue du produit un suivi continu de la masse et des températures est réalisé.

Les mesures de masse sont réalisées à l'aide d'une balance de précision de 0,01 g disposée sous l'enceinte de séchage. Le creuset qui contient le matériau est posé sur un support dont les pieds reposent sur cette balance. Les températures au sein du produit sont relevées par des thermocouples de type K implantés avant le remplissage du creuset (Figure III.2). Le thermocouple du fond plus fin est moins rigide (300 µm de diamètre) que celui du centre (500

µm de diamètre). Uniquement quelques essais ont été réalisés avec le thermocouple du centre car la rigidité de celui-ci engendre des perturbations pour la pesée.

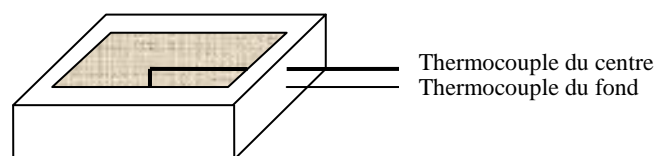


Figure III.2 : Positionnement des thermocouples.

Un pyromètre placé sur la face supérieure de l'enceinte permet d'accéder à la température de surface à condition de connaître l'émissivité des matériaux qui peut évoluer au cours du séchage. Des mesures ont également été réalisées en plaçant un thermocouple de 300 µm de diamètre en surface du produit.

Tableau III.1 : Récapitulatif des instruments de mesure.

Type de capteur	Mesure	Plage de mesure	Précision
Thermocouple K	Température d'air Température matériau	0 à 400°C	0,5°C
Hygromètre	Humidité relative	0 à 100%	5%
Pyromètre optique	Température de surface	0 à 100°C	1°C
Anémomètre	Vitesse d'air	0 à 6 m s ⁻¹	0,2 m s ⁻¹
Balance	Masse de l'échantillon	0 à 3,2 kg	0,01 g

III.1.3 Acquisition - Commande

L'ensemble des capteurs est relié à un boîtier de mesure de 20 canaux qui effectue la conversion analogique/numérique des signaux. Le pilotage de la batterie de chauffage s'effectue par le biais d'une carte à sorties analogiques. Le dialogue avec la balance s'opère via une liaison série RS232. L'ensemble du système acquisition – commande est piloté par un programme développé sous Visual Basic© (Figure III.3). Le pas d'acquisition est de 80 s pour l'ensemble des informations récupérées.

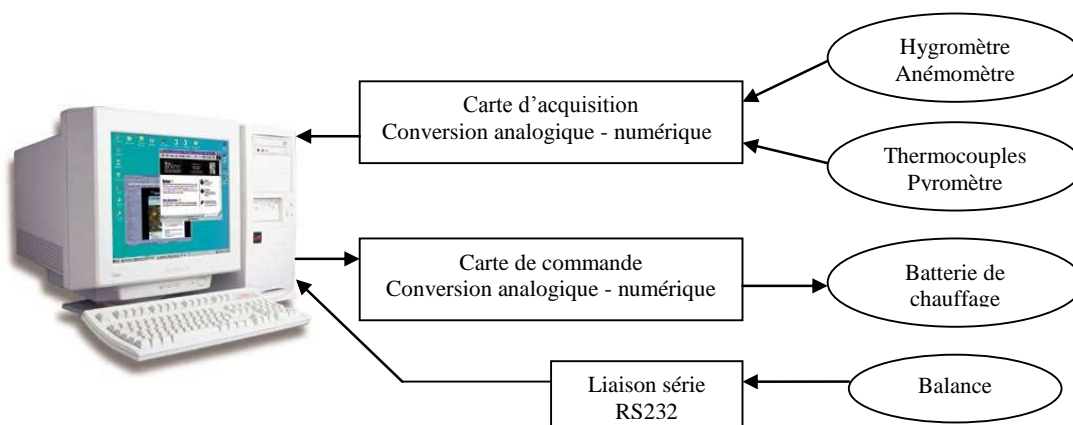


Figure III.3 : Système d'acquisition et de commande.

III.2 Etude du liant PF80 M

Différents essais ont été réalisés sur ce matériau. Ici, nous présentons les résultats obtenus pour une même épaisseur des éprouvettes (proche de 2,5cm) et une même consigne pour la température d'air.

Les éprouvettes sont séchées à différents âges après le remplissage des creusets et dans différentes conditions (vitesse de l'air) afin d'évaluer l'influence de ces deux paramètres sur les cinétiques. Lorsque le produit n'est pas immédiatement séché celui-ci est recouvert d'un film plastique afin de bloquer l'évaporation.

Le Tableau III.2 regroupe les conditions expérimentales appliquées au cours de chaque test. Les essais étant réalisés en tout air neuf, la température et l'hygrométrie de l'air peuvent évoluer au cours des expérimentations qui peuvent durer plusieurs jours. Dans le tableau sont donc reportées les valeurs moyennes et les variations mesurées.

Tableau III.2 : Récapitulatif des conditions de séchage des échantillons du liant Tradical® PF80 M.

N° Echantillon	Âge avant séchage	T _{air} (°C)	V _{air} (m.s ⁻¹)	Hr (%)	e (cm)	W _{ini} (kg.kg ⁻¹)	Eau liée (%)	ρ _s (kg.m ⁻³)
1	0h	29,3±0,1	2,6	16,4±1,2	2,53	0,373	4,8	1236,5
2	24h	29,4±0,2	2,6	13,9±0,6	2,50	0,335	10,4	1270,0
3	48h	29,4±0,1	2,6	28,5±1,9	2,59	0,338	10,8	1234,0
4	60h	29,3±0,2	2,6	15,2±2,4	2,53	0,333	11,1	1266,7
5	48h	29,2±0,1	2,0	34,9±5,0	2,52	0,322	10,2	1273,2
6	48h	29,5±0,3	1,1	33,9±2,8	2,50	0,335	10,4	1282,8
7	24h	29,5±0,9	2,6	12,8±0,5	2,50	0,329	10,3	1270,0

III.2.1 Descriptif d'un essai type

Dans un premier temps, nous détaillons l'essai et les résultats obtenus pour l'échantillon 1 qui a été placée dans l'enceinte de séchage immédiatement après la mise en œuvre. La Figure III.4 montre que durant cette expérimentation qui a duré 65 heures, la température d'air est maintenue constante aux environs de 29,3°C et l'humidité relative moyenne se situe au voisinage de 16%. Cet essai réalisé avec un thermocouple implanté sur la face inférieure de l'éprouvette (fond) montre qu'on aboutit à de faibles gradients de température au sein du matériau malgré une vitesse d'air de 2,6 m.s⁻¹.

Initialement, la surface de l'éprouvette est de 9,9×9,9 cm² et son épaisseur de 2,5 cm. En fin de séchage, un retrait très faible est enregistré, il est d'environ 2,7% selon l'épaisseur et de 2% pour les deux autres dimensions. En considérant un rapport massique eau/Tradical®PF80M de 0,4, la quantité d'eau chimiquement et physiquement liée à 60°C représentent environ 4,8% de la masse d'eau initiale.

Sur la Figure III.4 est également reportée l'évolution de la teneur en eau moyenne en base sèche de l'éprouvette. Cette grandeur est calculée selon l'équation III.1 à partir des pesées continues et de la détermination de la masse sèche après un séchage en étuve à 60°C.

$$W(i) = \frac{m(i) - m_s}{m_s} \quad (\text{III.1})$$

La Figure III.5 présente l'évolution du flux masse d'eau évaporée F_m en fonction de la teneur en eau moyenne. Cette évolution est obtenue en faisant une moyenne glissante sur la dérivée de la masse afin de s'affranchir des bruits de mesure.

L'examen des deux courbes, permet de distinguer quatre périodes :

➤ La période de mise en régime : d'environ une demi-heure, durant laquelle une partie de la chaleur apportée contribue à élever la température de surface et l'autre partie sert à évaporer une certaine quantité d'eau en surface.

➤ La période de séchage à vitesse constante d'une durée de 4 heures. Elle est caractérisée par la stabilisation de la température de surface aux alentours de 16,5°C (valeur supérieure à la température de bulbe humide à cause de l'effet du rayonnement de grande longueur d'onde qui se superpose au transfert par convection et également les erreurs de mesure de pyromètre). Sur la Figure III.5, il apparaît qu'au cours de cette période, le flux masse d'eau évaporée reste également constant à une valeur moyenne de $2,35 \cdot 10^{-4} \text{ kg.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$ pour des teneurs en eau supérieures à $0,25 \text{ kg.kg}^{-1}$. Cette valeur correspond à la limite supérieure du domaine hygroscopique.

➤ La période de ralentissement : elle commence lorsque le matériau passe sous la limite supérieure du domaine hygroscopique (teneur en eau inférieure à $0,25 \text{ kg.kg}^{-1}$) et est caractérisée par la chute du flux masse d'eau évaporée et l'augmentation de la température de surface jusqu'à atteindre l'équilibre hygroscopique. Ce dernier qui dépend de la température et de l'humidité de l'air environnant, n'est pas atteint au cours de cet essai. Si l'on se réfère à la Figure III.4, on constate que la teneur en eau au bout de 65 h est au dessus de la teneur en eau donnée par l'isotherme de désorption.

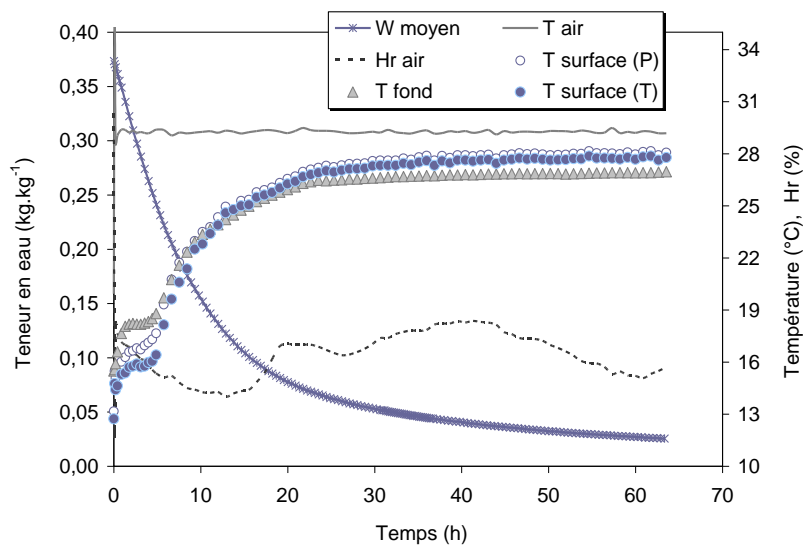


Figure III.4 : Cinétique de séchage du liant Tradical® PF80 M (essai 1).

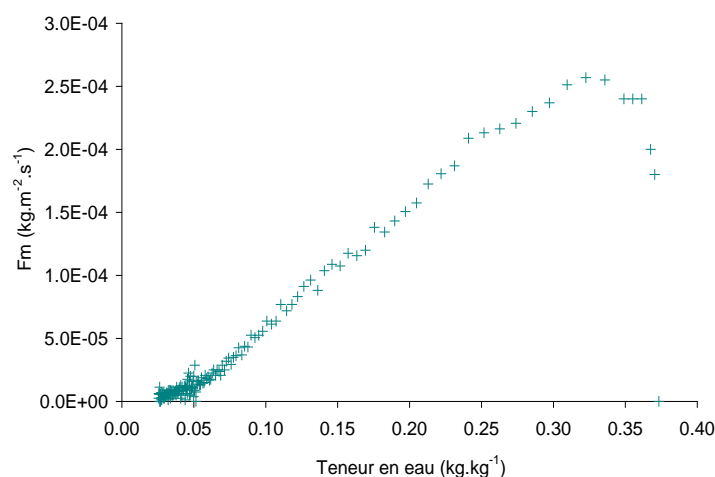


Figure III.5 : Flux masse d'eau évaporée du liant Tradical® PF80 M (essai 1).

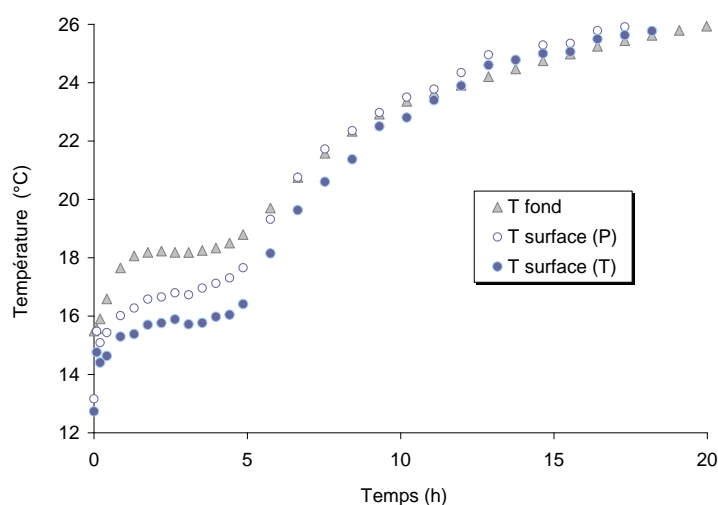


Figure III.6 : Températures de surface mesurées par le pyromètre (P) et par le thermocouple (T).

Sur cet essai, la température de surface mesurée à l'aide du pyromètre est comparée à la température donnée par thermocouple implanté dans la couche surfacique de l'échantillon (Figure III.6). On remarque que les valeurs obtenues par le thermocouple sont en dessous de celles données par le pyromètre au cours de la phase isenthalpe et lors de la phase de montée en température. L'écart maximum atteint est de 1,2°C. Les deux températures se rejoignent durant la période de la mise en équilibre. L'incertitude sur la mesure de la température de surface par pyromètre a été évaluée. Elle est de l'ordre de 2°C pour des températures inférieures à 20°C.

III.2.2 Influence de l'âge des matériaux

Les échantillons 2, 3 et 4 ont été séchés dans des conditions similaires à l'échantillon 1 (température et vitesse de l'air) mais après les avoir confinés respectivement pendant 24, 48 et 60 heures après la fabrication. Le but est d'étudier l'impact de l'âge des matériaux sur les cinétiques de séchage.

L'humidité relative de l'air étant un paramètre non contrôlé, la Figure III.7 donne les évolutions mesurées de cette variable lors de ces 4 essais. On observe que pour le matériau 3,

l'humidité relative moyenne se situe au dessus de celles des autres éprouvettes, autour de 28%.

La Figure III.8 présente une comparaison des évolutions des températures du fond des produits au cours du temps. On remarque que les essais 1, 2 et 4 présentent des températures pratiquement superposées tout au long de suivi des cinétiques de séchages. La température du fond de l'essai 3 est au-dessus des températures des autres tests.

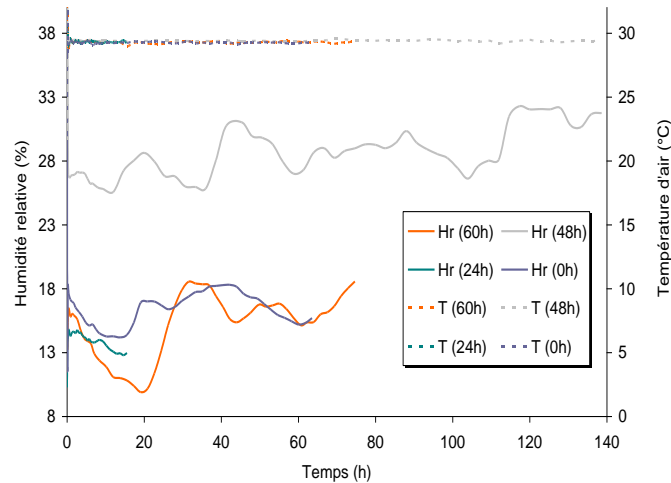


Figure III.7 : Evolution des températures d'air et des humidités relatives (essais 1, 2, 3 et 4).

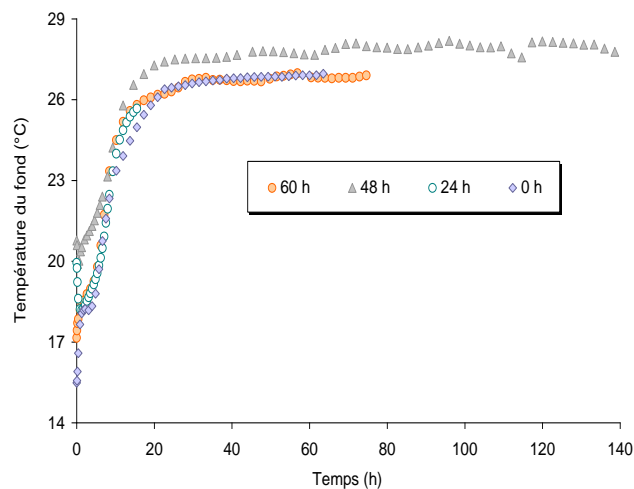


Figure III.8 : Evolution des températures du fond (essais 1, 2, 3 et 4).

Les évolutions des masses au cours du temps sont reportées sur la Figure III.9. On remarque que les échantillons les plus jeunes (1 et 2) présentent des évolutions pour la perte de masse différentes des échantillons 3 et 4 séchés respectivement après 48 et 60 heures de fabrication.

La comparaison des évolutions des teneurs en eau donnée sur la Figure III.10 montre que ce constat doit être modulé en tenant compte des valeurs initiales de la masse des éprouvettes qui augmente avec l'âge du matériau (augmentation de la quantité d'eau chimiquement liée lors du confinement).

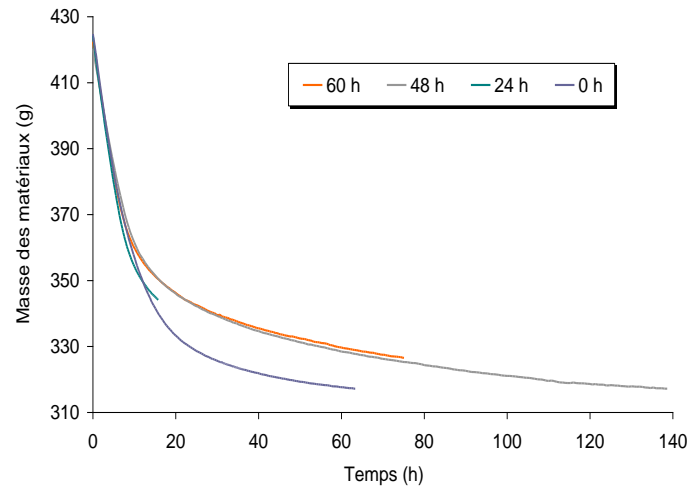


Figure III.9 : Comparaison des évolutions des masses (essais 1, 2, 3 et 4).

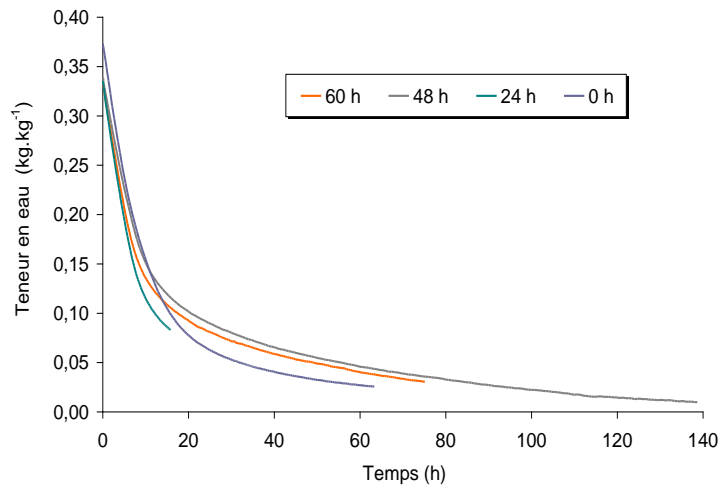


Figure III.10 : Comparaison des teneurs en eau (essais 1, 2, 3 et 4).

On constate qu'au cours de la phase de séchage à vitesse constante, le rôle joué par l'humidité de l'air apparaît plus notable que celui de l'âge des matériaux, notamment si on compare l'essai 3 à l'essai 4 et l'essai 1 au 2. La température de la phase isenthalpe la plus élevée est enregistrée avec l'essai 3 réalisé à l'humidité de l'air la plus importante alors que l'essai où son humidité est la plus faible au cours de cette période est marqué par la température de surface la plus basse (Figure III.11). Contrairement à la température de surface, le flux masse d'eau évaporée est inversement proportionnel à l'humidité de l'air (Figure III.12).

Quant à la première et la deuxième période de ralentissement, principalement gouvernées par les transferts internes de l'eau, on constate une domination de l'effet de l'âge des matériaux sur les cinétiques de séchage. On voit clairement que durant la première période, la vitesse d'évaporation de l'eau est plus importante pour l'essai 1 suivi de l'essai 2 dont l'acquisition de celui-ci est stoppée au bout de 16 heures de séchage afin de déterminer la distribution de la teneur en eau. Les essais 3 et 4 présentent des teneurs en eau très voisines avec des évolutions des flux masse d'eau évaporée pratiquement similaires. Les températures de surface des échantillons 2, 3 et 4 se superposent et la température de surface de l'échantillon 1 reste la plus faible, notamment durant la première période de ralentissement.

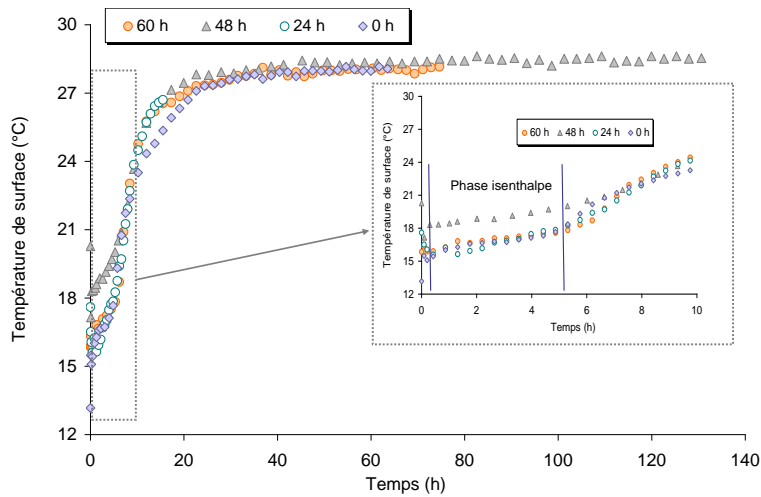


Figure III.11 : Comparaison des températures de surface (essais 1, 2, 3 et 4).

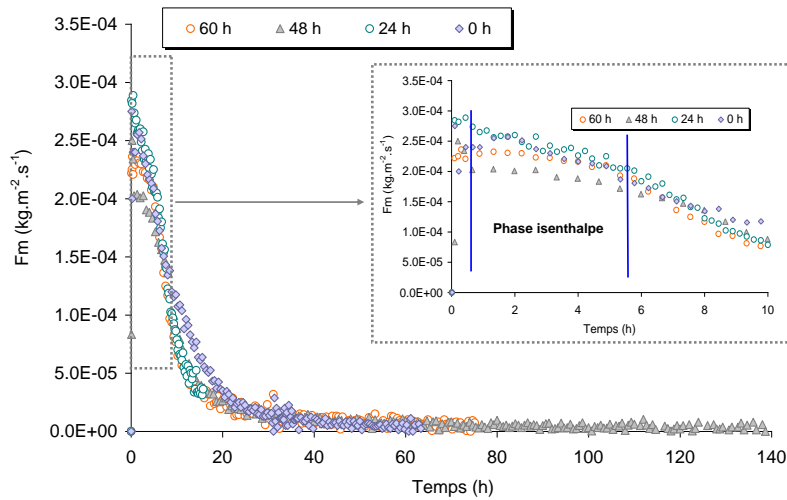


Figure III.12 : Comparaison des flux masses d'eau évaporée (essais 1, 2, 3 et 4).

III.2.3 Influence de la vitesse d'air

Une comparaison des cinétiques de séchage des échantillons 3, 5 et 6 est étudiée. Les trois matériaux sont confinés pendant 48 heures puis séchés à la même température et à trois vitesses d'air différentes ($1,1 \text{ m.s}^{-1}$, $2,1 \text{ m.s}^{-1}$ et $2,6 \text{ m.s}^{-1}$). L'humidité n'est pas réglée au cours des essais.

La Figure III.13 et la Figure III.14 présentent les évolutions au cours du temps des températures et des humidités de l'air ainsi que les températures du fond des échantillons.

Les courbes représentatives des évolutions des températures de surface et des flux masse d'eau évaporée (Figure III.15 et Figure III.16) montrent que la vitesse d'air a un rôle significatif, particulièrement au cours de la période de séchage à vitesse constante et une partie des périodes de ralentissement. Au cours de la première période, le flux masse d'eau évaporée est plus important pour les vitesses d'air les plus élevées. Quant à la température de la phase isenthalpe, elle est plutôt contrôlée par l'humidité relative. En revanche, on constate que la durée de la phase de séchage à vitesse constante est plus courte pour les vitesses d'air

les plus importantes ce qui entraîne une rapide montée en température au cours des phases de ralentissement (Figure III.16).

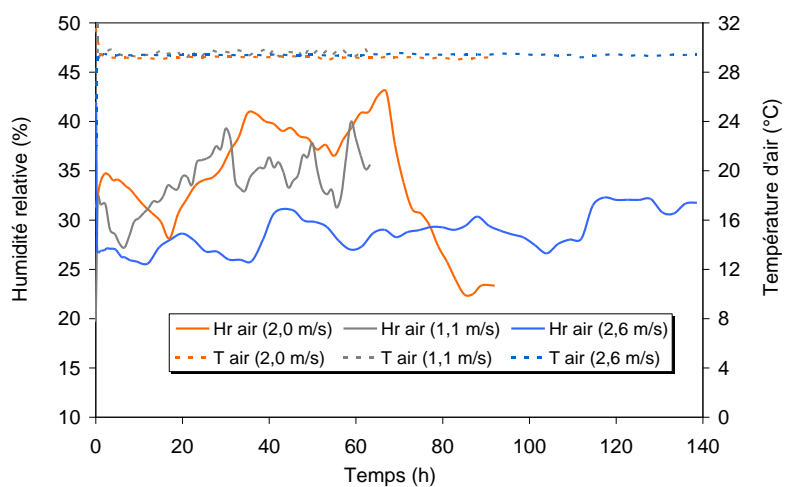


Figure III.13 : Evolution des températures d'air et des humidités relatives (essais 3, 5 et 6).

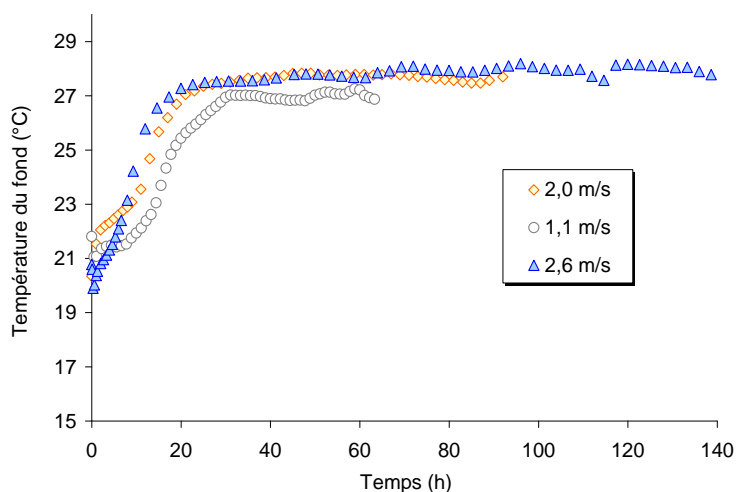


Figure III.14 : Evolution des températures du fond (essais 3, 5 et 6).

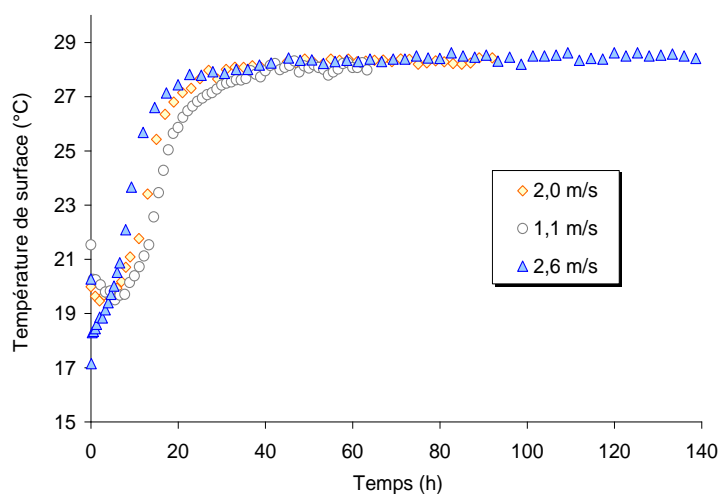


Figure III.15 : Comparaison des températures de surface (essais 3, 5 et 6).

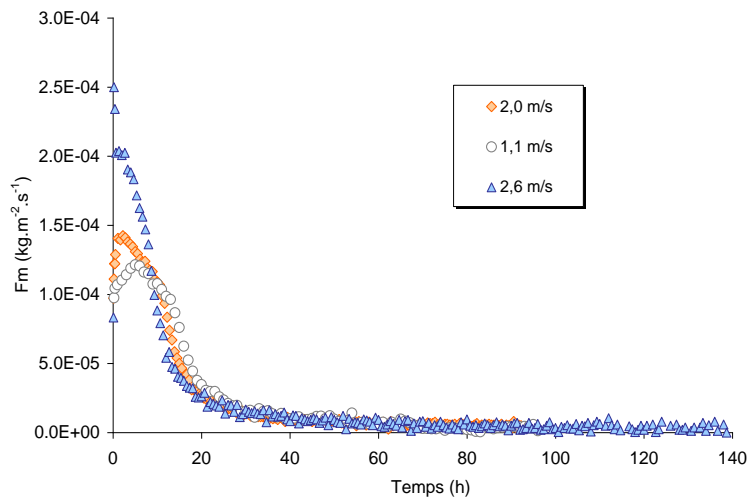


Figure III.16 : Comparaison des flux masses d'eau évaporée (essais 3, 5 et 6).

III.2.4 Distribution de la teneur en eau

Afin de connaître le champ de teneur en eau initial au sein des éprouvettes et durant le séchage des découpes ont été réalisées (Figure III.17). Les différents couches ont alors été pesés et séchés en étuve à 60°C afin d'en déduire la teneur en eau.

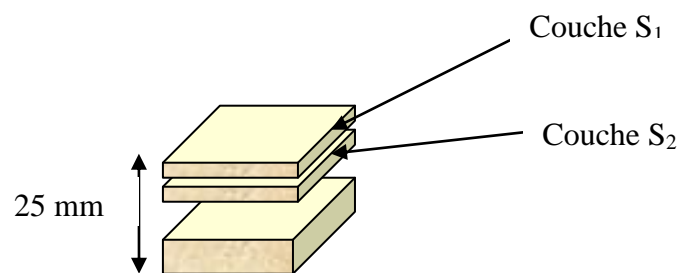


Figure III.17 : Découpage de l'échantillon.

▪ Mesures des teneurs en eau initiales

Les résultats obtenus sur une éprouvette confinée pendant 48 heures après sa fabrication sont présentés. Le matériau de 2,5 cm d'épaisseur a été découpé en trois couches d'épaisseur différentes : environ 2 mm à proximité de la surface exposée à l'air, 3 mm au milieu et enfin 20 mm pour la partie inférieure de l'éprouvette.

Le Tableau III.3 montre que l'on peut supposer le matériau initialement à une teneur en eau homogène, dans ce cas de l'ordre de 0,333 kg.kg⁻¹.

Tableau III.3 : Distribution de la teneur en eau initiale du liant Tradical® PF80 M.

	Couche S ₁	Couche S ₂	Couche S ₃
W _{ini} (kg.kg ⁻¹)	0,338	0,331	0,333

▪ Mesures des teneurs en eau au cours du séchage

Des découpes sont réalisées sur deux échantillons de 2,5 cm confinés respectivement pendant 24 h puis séchés durant 16 et 6 heures. Les conditions de séchage des deux essais sont similaires et correspondent à celles des essais 2 et 7, quant aux évolutions des températures de surface et des teneurs en eau au cours du séchage, elles sont reportées sur la Figure III.18.

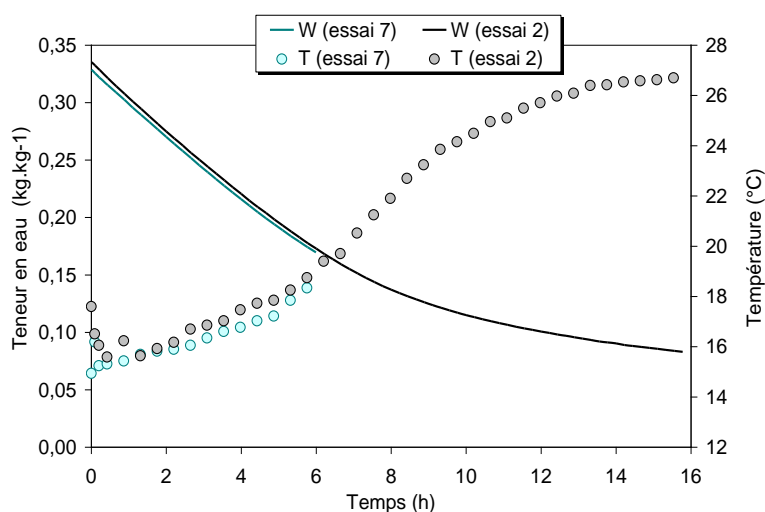


Figure III.18 : Evolutions des températures de surface et des teneurs en eau au cours de séchage (essais 2 et 7).

Après séchage, les éprouvettes ont été découpées en 6 couches d'épaisseurs variables. Les découpes réalisées au bout de 6 heures donnent une teneur en eau moyenne de l'ordre de 0,169 kg.kg⁻¹ avec de faibles gradients (Figure III.19). Après 16 heures la teneur en eau moyenne atteinte est de 0,083 kg.kg⁻¹ et les gradients sont plus conséquents.

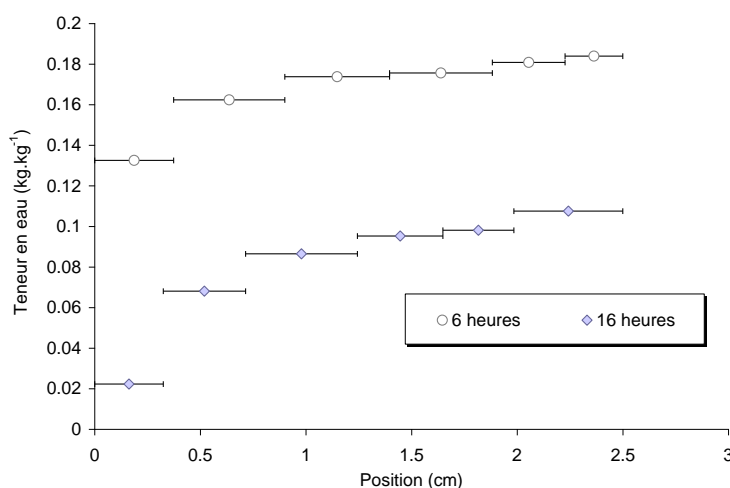


Figure III.19 : Distribution des teneurs en eau du liant Tradical® PF80 M selon l'épaisseur.

III.3 Etude du séchage de mélanges chanvre/Tradical® PF80 M

Afin d'étudier l'influence de l'épaisseur des matériaux et du type de granulats sur les cinétiques de séchage, différents essais ont été réalisés (Tableau III.4). Tous les mélanges sont préparés avec des fractions massiques (chanvre-liant-eau) identiques.

Tableau III.4 : Récapitulatif des conditions de séchage des mélanges chanvre/Tradical® PF80 M.

N° d'essai	Type de granulats*	Âge du produit	T _{air} (°C)	V _{air} (m.s ⁻¹)	H _r _{air} (%)	Epaisseur (cm)	W _{ini}	Masse volumique sèche (kg.m ⁻³)
1	C.T	0h	29,3±0,4	1,2	29,0±7,2	2,50	0,692	715,2
2	C.C	0h	29,4±0,3	1,2	35,6±4,1	2,63	0,688	701,4
3	C.T	120h	29,4±0,4	1,2	32,9±6,2	2,55	0,664	723,4
4	C.C	120h	29,4±0,4	1,0	29,7±4,6	2,49	0,679	746,8
5	C.C	48h	29,6±0,5	1,1	25,4±5,4	4,05	0,675	691,6
6	C.C	0h	29,4±0,6	2,0	26,1±3,0	2,50	0,693	730,0
7	C.C	0h	29,3±0,2	2,6	25,1±2,0	3,80	0,679	608,0
8	C.C	0h	29,3±0,7	1,0	22,5±0,9	3,80	0,679	744,2
9	C.C	24h	29,4±0,4	2,0	28,0±2,4	3,93	0,685	712,6

*C.C : Correspond au granulat de Chanvribat et C.T au granulat de Terrachanvre. Dans la suite de ce travail, les mélanges chanvre Chanvribat/liant PF80 M et chanvre Terrachanvre/liant PF80 M sont respectivement désignés par C.T/C et C.C/C.

III.3.1 Description d'un essai type

La Figure III.20 et la Figure III.21 montrent les évolutions obtenues lors du séchage d'une éprouvette correspondant à un mélange de chanvre « Terrachanvre » et liant PF80 M. Cet essai a été réalisé avec un matériau de 2,5 cm d'épaisseur placé dans l'enceinte de séchage juste après sa mise en œuvre. Les consignes étaient fixées à 1,2 m.s⁻¹ pour la vitesse d'air et 29,3°C pour la température. L'humidité relative au cours de cet essai est en moyenne de 29±7% (Figure III.23).

Les deux périodes de mise en température et de séchage à vitesse constant sont relativement courtes par rapport à la durée totale du séchage. Le produit, initialement à une température moyenne de 24°C, met environ 3 heures pour atteindre une température légèrement au-dessus de la température de bulbe humide et ainsi entrer dans la période de séchage à vitesse constante. À partir d'une teneur en eau inférieure à 0,48 kg.kg⁻¹, le flux masse d'eau évaporée commence à décroître, c'est le début de la première phase de ralentissement qui dure environ 30 heures (Figure III.20). La deuxième période de ralentissement et la période de mise en équilibre sont les plus longues. On observe qu'au bout de 110 heures l'éprouvette n'a toujours pas atteint l'équilibre hydrique mais on peut constater que la teneur en eau tend vers une valeur 0,015 kg.kg⁻¹, ce qui est cohérent avec les données de l'isotherme de désorption. Par ailleurs, on peut noter que les gradients de température au sein du produit sont faibles, au maximum 2,2°C.

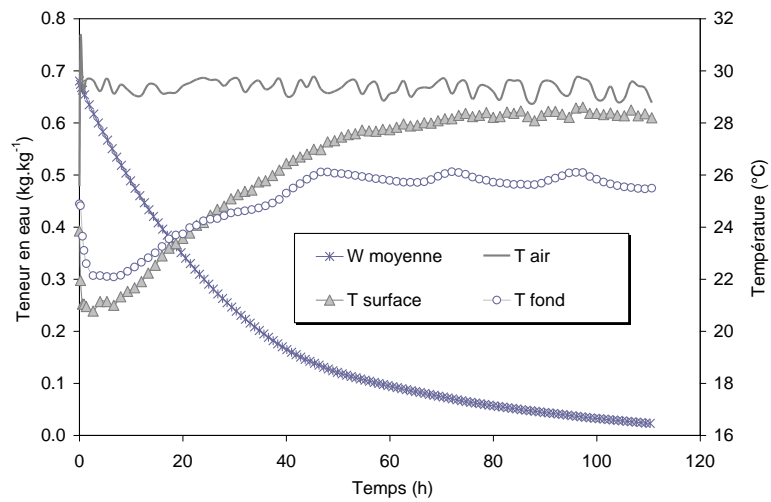


Figure III.20 : Cinétique de séchage d'un mélange chanvre/chaux - 0 heure après mise en œuvre - épaisseur de 2,5 cm (essai 1).

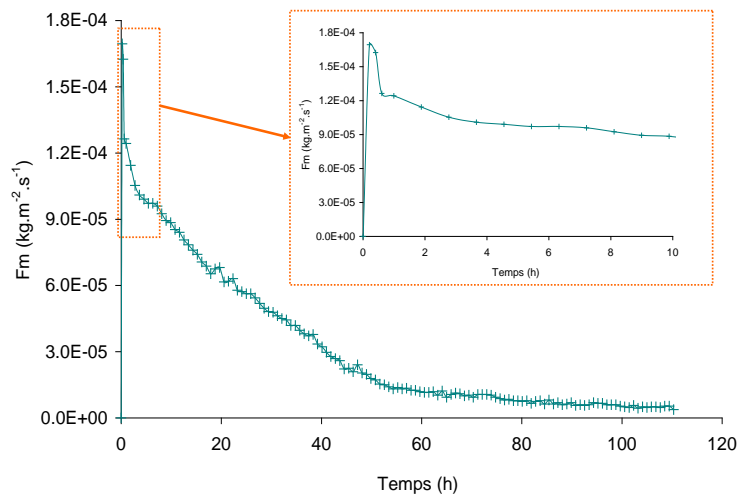


Figure III.21 : Flux masse évaporée du mélange chanvre/chaux, 0 heure après sa mise en œuvre - épaisseur de 2,5 cm (essai 1).

III.3.2 Influence du type de granulats et de l'âge des matériaux

Les différentes cinétiques sont comparées selon l'approche définie sur la Figure III.22.

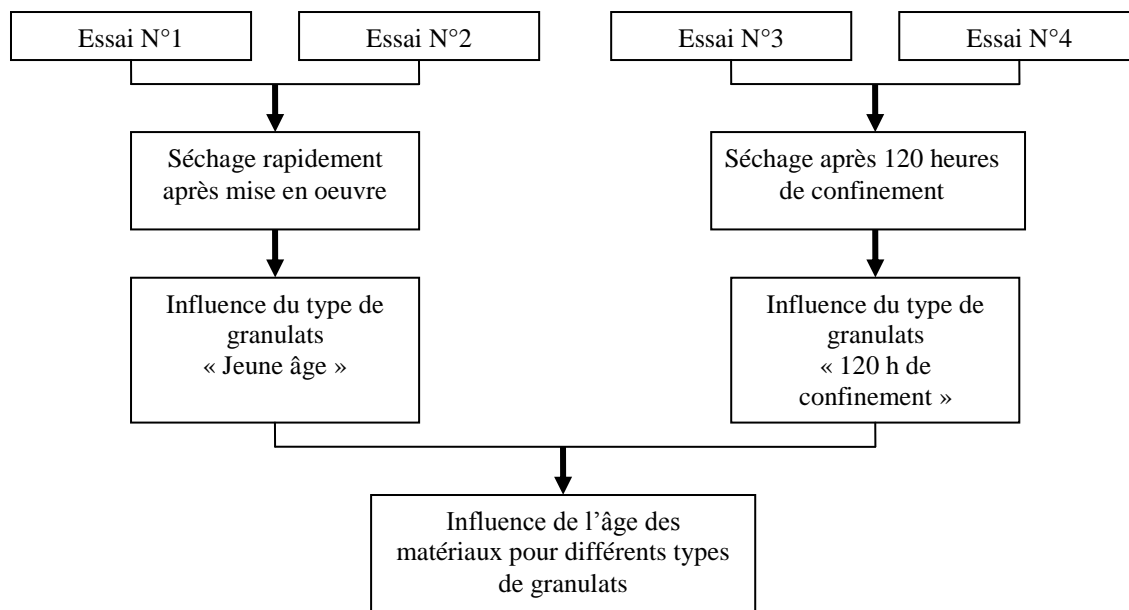


Figure III.22 : Organigramme des comparaisons des cinétiques de séchage obtenues pour différents granulats de chanvre et à différents âges.

On s'intéresse tout d'abord aux éprouvettes placées dans l'enceinte de séchage immédiatement après la mise en œuvre. Les évolutions mesurées sont comparées sur les Figure III.23 à Figure III.26.

Durant la période de mise en régime, le flux masse d'eau évaporée du mélange C.T/C apparaît plus important que celui du mélange C.C/C. Ceci est en effet dû à l'écart de 2°C entre les températures de surface initiales des deux produits. Les deux flux se rejoignent durant la période de séchage à vitesse constante et une partie de la première phase de ralentissement. Les deux courbes se séparent à nouveau et le flux masse d'eau évaporée du mélange C.C/C passe en dessous de celui du mélange C.T/C. Cet écart est dû à la différence entre les humidités relatives durant cette période. Au cours de la deuxième phase de ralentissement et de la mise en équilibre, les deux courbes se rejoignent à nouveau et l'écart entre les teneurs en eau diminue également.

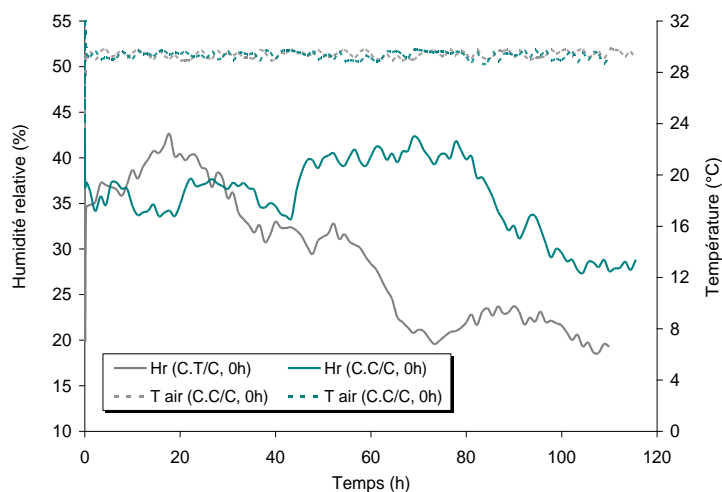


Figure III.23 : Evolution des températures d'air et des humidités relatives (essais 1 et 2).

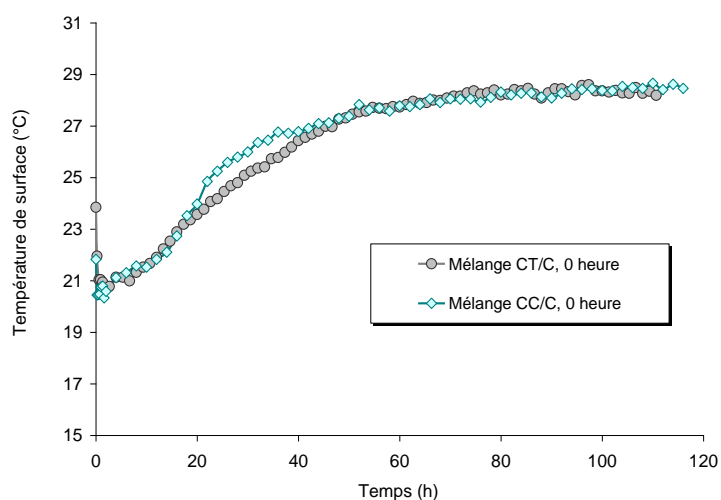


Figure III.24 : Comparaison des températures de surface (essais 1 et 2).

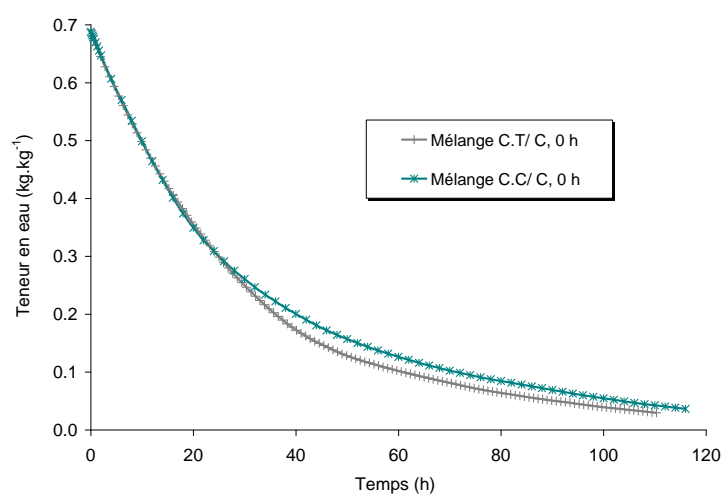


Figure III.25 : Comparaison des teneurs en eau (essais 1 et 2).

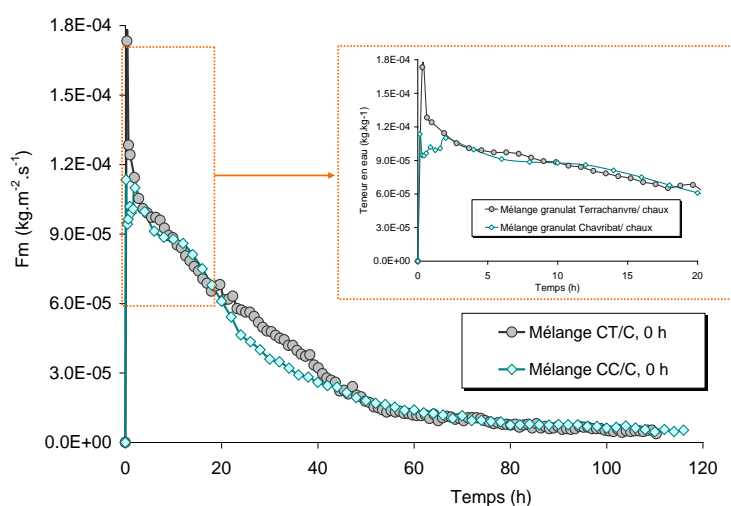


Figure III.26 : Comparaison des flux masses d'eau évaporée (essais 1 et 2).

Les éprouvettes 3 et 4 sont séchées après 120 heures de confinement dans les mêmes conditions de températures et de vitesse d'air que les précédentes. La comparaison des cinétiques de séchage des deux éprouvettes est reportée sur les Figure III.27 à Figure III.30.

Initialement, les échantillons présentent des teneurs en eau très proches et des températures différentes. On voit que la teneur en eau du mélange C.T/C décroît plus rapidement que celle du mélange C.C/C. L'écart important constaté entre les deux flux masse d'eau évaporée aux cours des périodes de mise en régime et de séchage à vitesse constante est probablement lié à l'évolution différente de l'humidité relative de chaque essai. Au bout de 100 heures de séchage, les courbes des teneurs en eau des deux matériaux se rejoignent et l'équilibre s'effectue à des teneurs en eau très voisines.

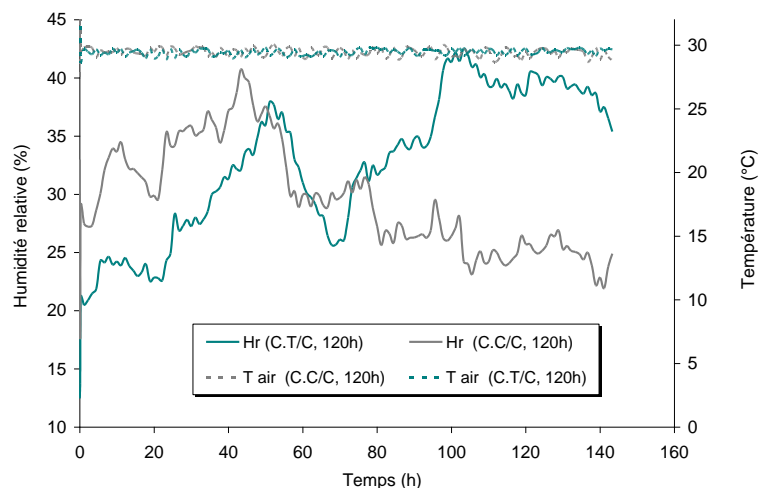


Figure III.27 : Evolution des températures d'air et des humidités relatives (essais 3 et 4).

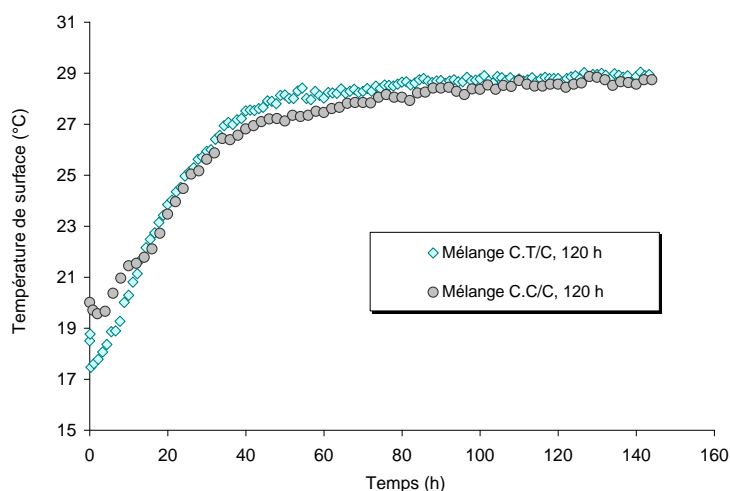


Figure III.28 : Comparaison des températures de surface (essais 3 et 4).

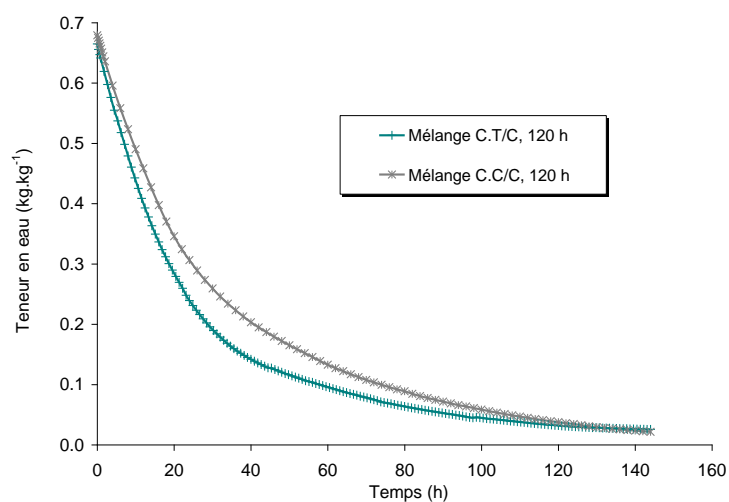


Figure III.29 : Comparaison des teneurs en eau (essais 3 et 4).

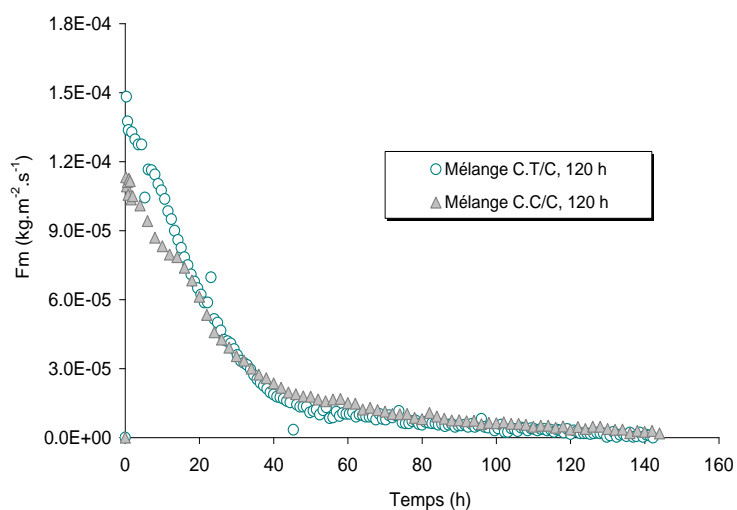


Figure III.30 : Comparaison des flux masses d'eau évaporée (essais 3 et 4).

Une confrontation des teneurs en eau des quatre essais est reportée sur la Figure III.31. On remarque qu'il est difficile de quantifier l'effet de l'âge des matériaux sur les cinétiques de séchage.

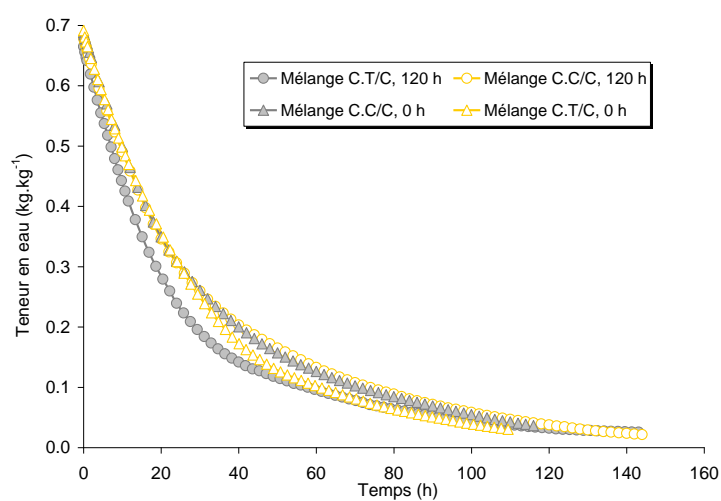


Figure III.31 : Comparaison de l'évolution des teneurs en eau des essais 1, 2, 3 et 4.

III.3.3 Influence de l'épaisseur des échantillons

La Figure III.32 et la Figure III.33 présentent une comparaison des cinétiques de séchage et des flux masse d'eau évaporée pour les essais 4 et 5 réalisés dans les mêmes conditions de température et de vitesse d'air. On observe que le matériau le plus épais présente une évolution de teneur en eau plus lente et un flux masse d'eau évaporée plus important. Quant aux températures de surface, les deux courbes sont pratiquement superposées sauf au cours de la phase isenthalpe. En effet, l'épaisseur de l'éprouvette a de l'influence sur les processus de transport de l'eau à travers la matrice poreuse.

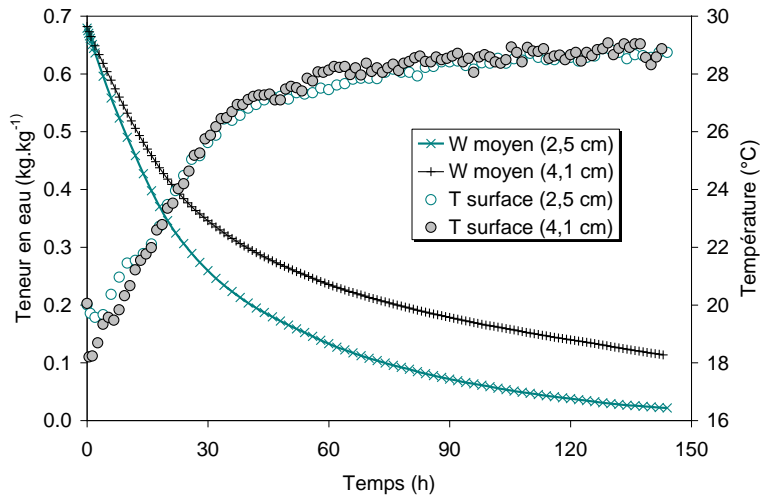


Figure III.32 : Comparaison des cinétiques de séchage des essais 4 et 5.

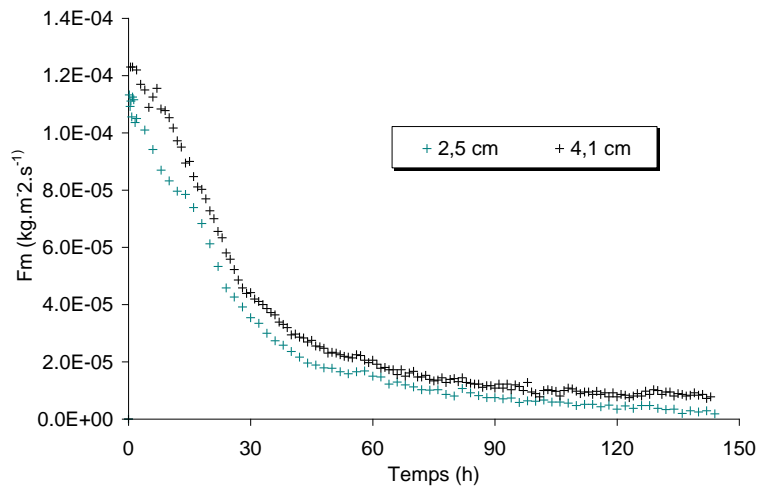


Figure III.33 : Comparaison des vitesses de séchage pour les essais 4 et 5.

III.3.4 Influence des conditions aérothermiques

Une deuxième série d'essais a été effectuée dans le but d'évaluer l'influence des conditions aérothermiques sur le processus de séchage. Les conditions appliquées sont reportées dans le Tableau III.5. L'étude est réalisée sur cinq éprouvettes fabriquées avec des granulats Terrachanvre. L'épaisseur des échantillons est d'environ 4 cm et le séchage est effectué rapidement après la mise en œuvre.

Tableau III.5 : Récapitulatif des conditions de séchage des mélanges chanvre/Tradical® PF80 M.

N° d'essai	T _{air} (°C)	V _{air} (m.s ⁻¹)	Hr _{air} (%)
10	35,14±0,13	2,6	24,1±1,2
11	30,25±0,20	2,6	23,1±1,1
12	21,82±0,68	2,6	34,7±4,0
13	35,80±0,79	2,0	20,7±2,3
14	34,42±0,65	1,0	26,1±2,0

III.3.4.1 Température d'air

La Figure III.34 présente l'évolution des teneurs en eau moyenne pour les trois essais menés à la même vitesse de l'air 2,6 m.s⁻¹. Comme on pouvait s'y attendre, au début du séchage la perte de masse est liée à la température et à l'humidité de l'air. L'écart le plus important entre les différents flux masse d'eau évaporée (Figure III.35) est enregistré durant les dix premières heures ; les conditions aérothermiques contrôlent le processus d'évaporation durant la période de séchage à vitesse constante et partiellement pendant la période de séchage à vitesse décroissante. Par la suite, c'est les paramètres relatifs aux transferts de masse dans le matériau qui deviennent les éléments « moteur ».

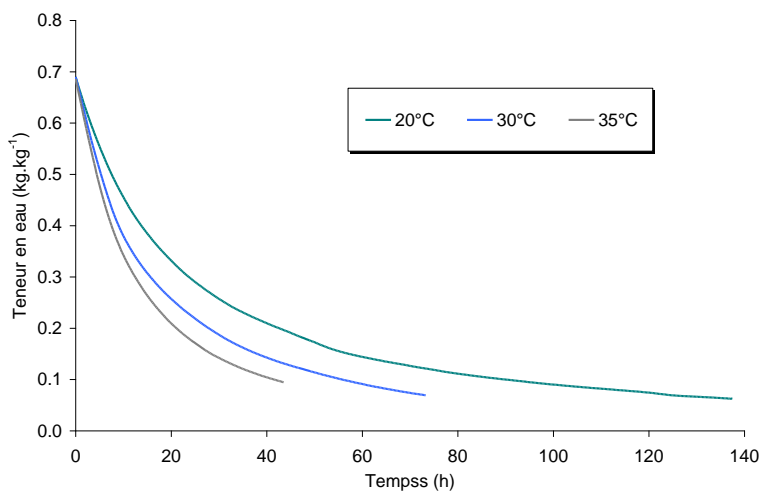


Figure III.34 : Evolution de la teneur en eau en fonction du temps pour différentes températures d'air (essais N° 10, 11 et 12).

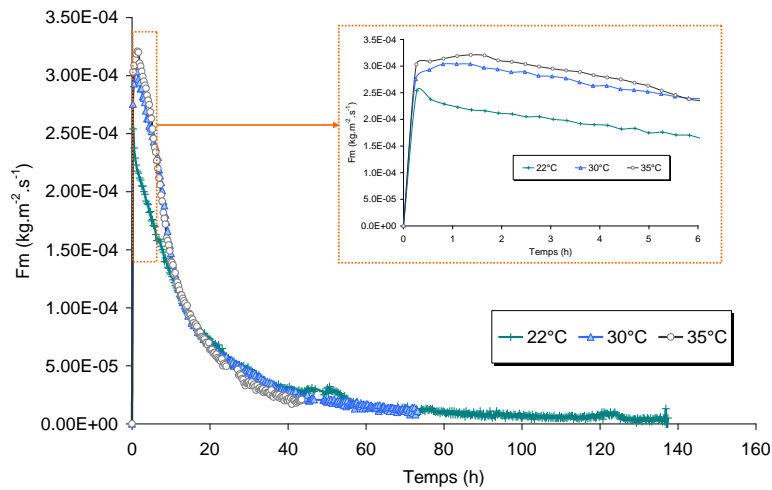


Figure III.35 : Evolution du flux masse évaporée en fonction du temps pour différentes températures d'air (essais N° 10, 11 et 12).

III.3.4.2 Vitesse d'air

La Figure III.36 et la Figure III.37 permettent de visualiser l'influence de la vitesse de l'air sur les cinétiques de séchage. On voit clairement que la vitesse d'air a un rôle significatif, particulièrement durant la phase de séchage à vitesse constante où un écart important est enregistré entre les flux masse d'eau évaporée. On remarque également que la durée de la phase isenthalpe est plus courte pour la vitesse d'air la plus grande et ainsi la première phase de ralentissement débute aussitôt pour la vitesse d'air la plus élevée.

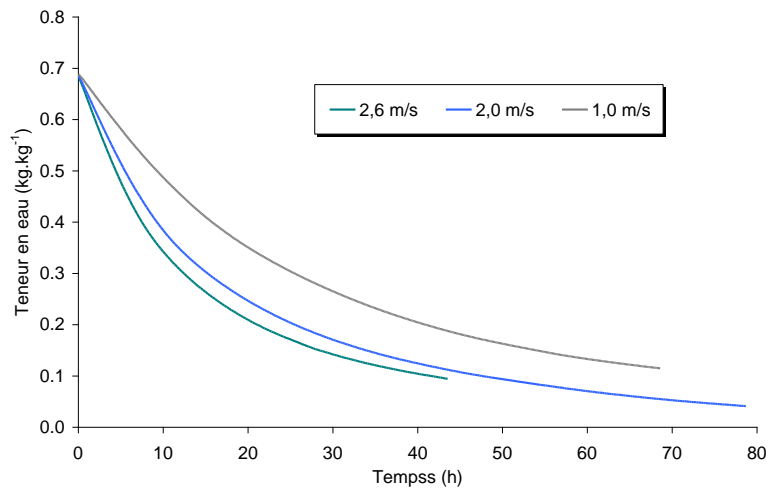


Figure III.36 : Evolution de la teneur en eau en fonction du temps pour différentes vitesses d'air (essais N° 10, 13 et 14).

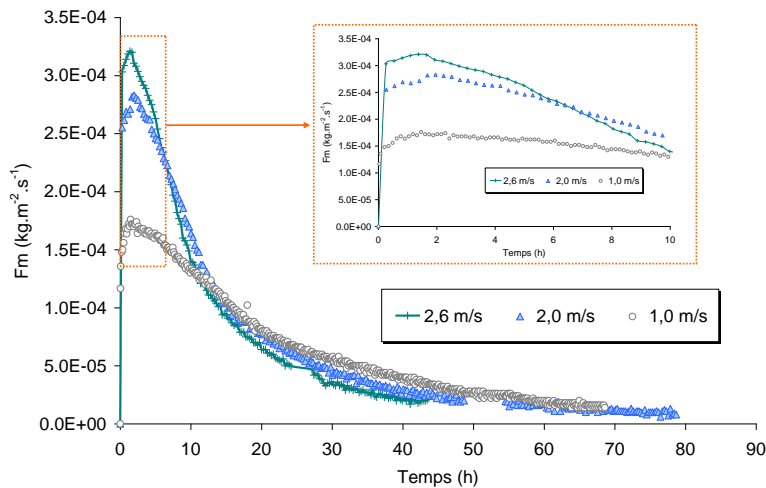


Figure III.37 : Evolution de flux masse évaporée en fonction du temps pour différentes vitesses d'air (essais N° 10, 13 et 14).

III.3.5 Distribution de la teneur en eau au sein du matériau

▪ Mesures des teneurs en eau initiales

Afin de déterminer la distribution de la teneur en eau initiale au bout de 48 heures de confinement, des découpes d'éprouvettes ont également été réalisées.

Les résultats obtenus pour un mélange Chanvribat/PF80 d'épaisseur de 3,7 cm découpé en cinq couches sont présentés. Les teneurs en eau obtenues sont données sur le Tableau III.6. On observe que la teneur en eau dans l'éprouvette après 48 heures peut être supposée homogène.

Tableau III.6 : Distribution de la teneur en eau dans le mélange chanvre/liant PF80.

	Couche S ₁	Couche S ₂	Couche S ₃	Couche S ₄	Couche S ₅
W initiale (kg.kg ⁻¹)	0,672	0,647	0,653	0,686	0,650

▪ Mesures des teneurs en eau au cours du séchage

Des mesures ont également été réalisées pour quantifier les gradients de teneur en eau durant le séchage. La Figure III.38 présente les cinétiques de séchage de deux éprouvettes « mélange chanvre Chanvribat/PF80 » séchés respectivement durant 14 et 26 heures à des vitesses d'air différentes (voir Tableau III.2: essai 8 et 9).

On remarque qu'au bout de 14 heures de séchage (essai 8) la teneur en eau moyenne atteinte est de 0,48 kg.kg⁻¹. Après découpe de l'échantillon, on enregistre une teneur en eau moyenne plus faible (soit 0,411 kg.kg⁻¹) et le gradient de teneur en eau dans le produit est relativement faible (Figure III.39). Il est toutefois important de noter que cette observation est à nuancer du fait de l'épaisseur de l'échantillon prélevé du côté exposé au flux d'air (environ 8 mm).

Au bout de 26 heures de séchage, on observe que la teneur en eau moyenne est de l'ordre de 0,34 kg.kg⁻¹ avec des gradients pour les couches les plus proches de la surface d'échange.

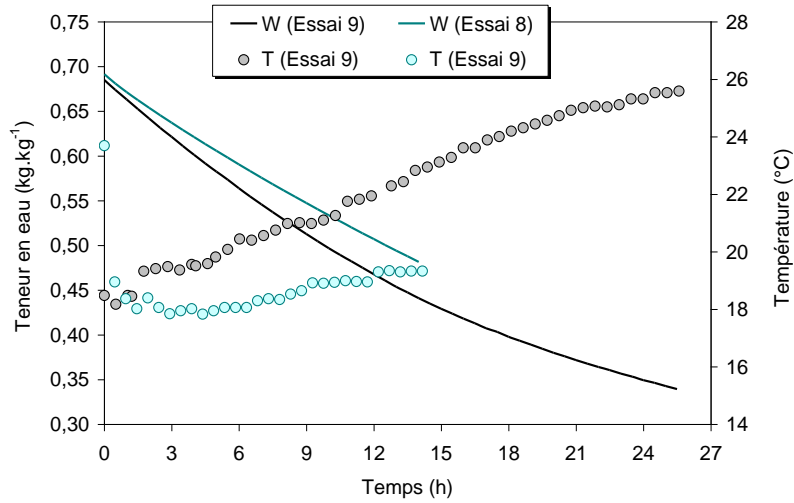


Figure III.38 : Evolutions des températures de surface et des teneurs en eau au cours de séchage (essais 8 et 9).

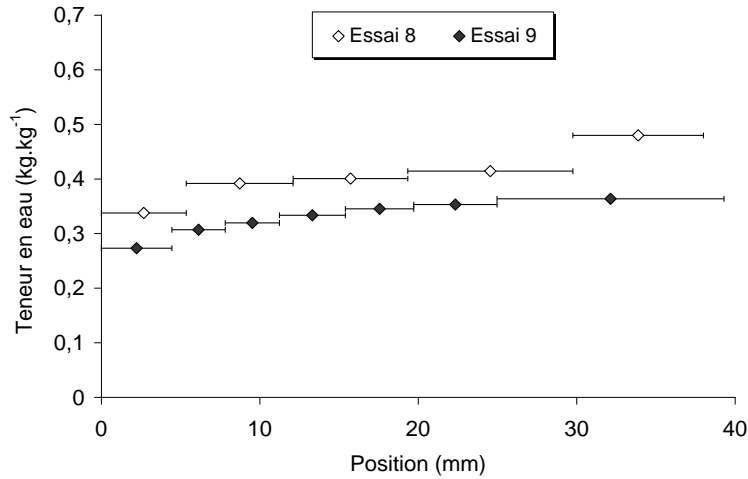


Figure III.39 : Distribution de la teneur en eau du mélange C.C /C selon l'épaisseur.

III.4 Détermination du coefficient d'échange par convection

Au cours du séchage, l'échange en surface du produit s'effectue par convection forcée et par rayonnement. Le coefficient de transfert par convection peut être identifié à partir d'un bilan massique en utilisant l'analogie entre les transferts de chaleur et de masse. En effet, d'après l'équation III.2, le flux de masse d'eau évaporée dépend de la température d'air et celle de surface du produit ainsi que l'activité de l'eau. A partir des cinétiques de séchage et durant la phase de séchage à vitesse constante (activité de l'eau égale à 1), on peut en évaluer le coefficient de transfert de masse k_m :

$$F_m = k_m \frac{P_{atm} M_v}{RT_f} \ln \left(\frac{P_{atm} - P_{v\infty}}{P_{atm} - a_w P_{vsat}} \right) \quad (III.2)$$

Si l'hypothèse de Lewis est vérifiée, l'analogie des transferts de chaleur et de masse (analogie de Colburn) permet de déduire h_c du coefficient de transfert de masse k_m selon l'expression suivante :

$$\frac{h_c}{k_m \rho C_p} = Le^{2/3} = \left(\frac{Sc}{Pr} \right)^{2/3} \quad (III.3)$$

Sur les tableaux III.7 et III.8 sont rassemblées les valeurs des coefficients de transfert par convection estimés à partir de quelques essais de séchage du liant et des mélanges chanvre /chaux. Ces résultats sont exploités par la suite lors des essais d'estimation et de simulation numérique.

Tableau III.7 : Valeurs des coefficients de transfert par convection (liants PF80).

Essais		1	2	5	6	7
Conditions aérothermiques	T _{air} moyenne (°C)	29,3	29,4	29,2	29,5	29,5
	V _{air} (m.s ⁻¹)	2,6	2,6	2,0	1,1	2,6
	h _c (W.m ⁻² .K ⁻¹)	32,5	32,5	24	20	32,3

Tableau III.8 : Valeurs des coefficients de transfert par convection (mélange chanvre/liant PF80).

Essais		1	2	3	4	5	6	7
Conditions aérothermiques	T _{air} moyenne (°C)	29,3	29,4	29,4	29,6	29,6	29,4	29,3
	V _{air} (m.s ⁻¹)	1,2	1,2	1,2	1,1	1,1	2,0	2,6
	h _c (W.m ⁻² .K ⁻¹)	18	18	18	15	16	25	32

III.5 Identification du coefficient de diffusion à l'aide de solutions analytiques

A partir des courbes de teneur en eau en combinaison avec les solutions analytiques de la seconde loi de Fick, nous pouvons estimer un coefficient de diffusion hydrique global. En faisant l'hypothèse que la température et l'épaisseur du produit sont constantes au cours du séchage, l'équation suivante précédemment présentée (chapitre 1) est admise comme solution analytique de la seconde loi de Fick :

$$W^* = \sum_{n=0}^{\infty} \frac{8}{(2n+1)\pi} \exp \left[- (2n+1)^2 \pi^2 \frac{Dt}{4e^2} \right] \quad (III.4)$$

En considérant le coefficient de diffusion global constant sur des courts intervalles de temps, l'équation (III.4) est donc résolue par une méthode pas à pas à l'aide d'une procédure d'optimisation. Le critère de minimisation est le carré des écarts entre la courbe théorique de la teneur en eau et la courbe expérimentale :

$$Critère = \sum_{i=1}^n (W^*(i) - W_{exp}(i))^2 \quad (III.5)$$

La Figure III.40 donne l'évolution des coefficients de diffusion globaux des liants Tradical®PF80 M. Ils sont obtenus pour l'essai 1 (V_{air} = 2,6 m.s⁻¹ et durée de confinement de

0 h), l'essai 3 ($V_{\text{air}} = 2,6 \text{ m.s}^{-1}$ et durée de confinement de 48 h), l'essai 4 ($V_{\text{air}} = 2,6 \text{ m.s}^{-1}$ et durée de confinement de 48 h) et l'essai 6 ($V_{\text{air}} = 1,1 \text{ m.s}^{-1}$ et durée de confinement de 48 h). On remarque que l'évolution avec la teneur en eau du coefficient de diffusion pour les quatre essais est similaire. L'essai à $1,1 \text{ m.s}^{-1}$ présente un coefficient de diffusion légèrement inférieure à ceux des autres tests tout au long de la procédure de séchage.

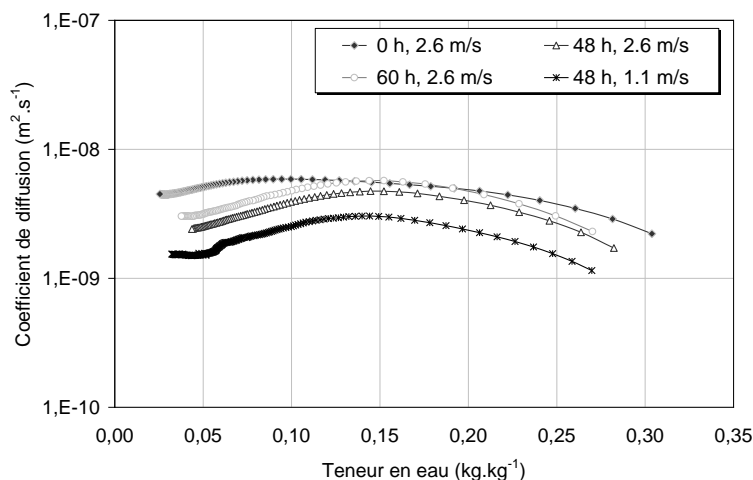


Figure III.40 : Evolution du coefficient de diffusion global lors des essais 1, 3, 4 et 6 du séchage du liant.

En faisant une moyenne sur les coefficients de diffusion obtenus (Tableau III.9), il apparaît que le matériau séché rapidement après sa mise en œuvre présente le coefficient de diffusion le plus élevé.

Tableau III.9 : Valeurs moyennes du coefficient de diffusion global du liant Tradical® PF80 M.

Essais / Liant	1	3	4	6
D ($\text{m}^2.\text{s}^{-1}$)	$4,9 \cdot 10^{-9}$	$2,7 \cdot 10^{-9}$	$3,9 \cdot 10^{-9}$	$1,9 \cdot 10^{-9}$

Sur la Figure III.41 sont reportées les évolutions des coefficients de diffusion globaux des mélanges chanvre/liant avec la teneur en eau, estimés à partir des données expérimentales des essais 1, 2, 3 et 4. Les valeurs moyennes sont reportées dans le Tableau III.10. On remarque que les matériaux fabriqués à partir du granulat de Terrachanvre présente des coefficients de diffusion légèrement supérieurs à ceux à base de granulat de Chanvribat. Toutefois, les coefficients estimés sont du même ordre de grandeur que ceux du liant PF80.

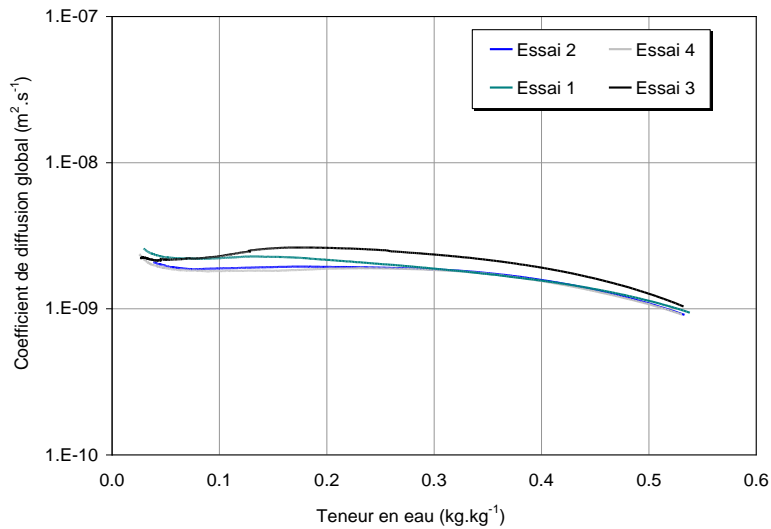


Figure III.41 : Evolution du coefficient de diffusion global lors des essais 1, 2, 3 et 4 du séchage des mélanges chanvre/liant.

Tableau III.10 : Valeurs moyennes du coefficient de diffusion global des mélanges chanvre/liant.

Essai	1	2	3	4
D (m ² .s ⁻¹)	2,1 10 ⁻⁹	1,9 10 ⁻⁹	2,3 10 ⁻⁹	1,8 10 ⁻⁹

III.6 Conclusion

Des mesures de cinétiques de séchage des liants et des mélanges chanvre/chaux ont été réalisées afin d'évaluer l'influence des conditions externes ainsi que l'effet de l'épaisseur et de la structure poreuse (échantillons avec et sans particules végétales) sur les différentes phases de séchage. Ces études ont montré que la quantité d'eau chimiquement liée est de l'ordre de 10% pour le liant.

L'exploitation des cinétiques de séchage, nous a permis d'estimer le coefficient de transfert par convection et un coefficient de diffusion global à l'aide de la solution analytique de la loi de Fick dans les conditions isothermes. Cette base de données expérimentales est utilisée au chapitre 5 pour estimer les paramètres relatifs au transfert hydrique.

CHAPITRE 4 :

ESTIMATION PAR TECHNIQUE INVERSE DES PROPRIETES RELATIVES AU TRANSFERT HYDRIQUE

IV. Estimation par technique inverse des propriétés relatives au transfert hydrique

La prédiction des cinétiques de séchage d'un matériau capillaro-poreux nécessite la résolution des équations de transfert de masse et de chaleur qui, à leur tour, nécessite une bonne connaissance des propriétés physiques et hydriques du matériau.

Dans un premier temps, les équations régissant les transferts monodimensionnels de chaleur et de masse dans un matériau capillaro-poreux ainsi que les conditions aux limites retenues sont présentées en se référant au chapitre 1 et aux conditions expérimentales du chapitre 3. Les méthodes de résolution spatiale et temporelle du système d'équations sont succinctement abordées.

La seconde partie est consacrée à la validation du modèle. Le béton cellulaire et le séchage convectif servent de matériau et de procédé test. L'étude est illustrée par une importante analyse de sensibilité du modèle aux coefficients de transfert hydrique afin de quantifier l'impact de ces paramètres sur les prédictions du modèle.

Dans la troisième partie, une méthode d'estimation par technique inverse des coefficients de transfert hydrique est exposée et la performance de la procédure d'estimation est éprouvée sur le béton cellulaire. Une fois la méthode validée sur ce matériau, elle sera appliquée sur les mélanges chanvre/chaux dont les coefficients de transfert hydrique sont inconnus. Cette dernière partie fera l'objet du dernier chapitre.

IV.1 Modèles mathématiques

Les équations de base retenues pour décrire les phénomènes de transfert de chaleur et de masse lors du séchage d'un matériau de construction découlent, du modèle de Whitaker (1977) exposé dans le premier chapitre. Les matériaux étudiés sont ainsi considérés rigides, capillaro-poreux et hygroscopiques et les transferts de chaleur et de masse au sein du produit sont supposés monodimensionnels. Uniquement la face supérieure du produit est exposée à un flux d'air convectif ; la face inférieure est supposé imperméable (*Figure IV.1*).

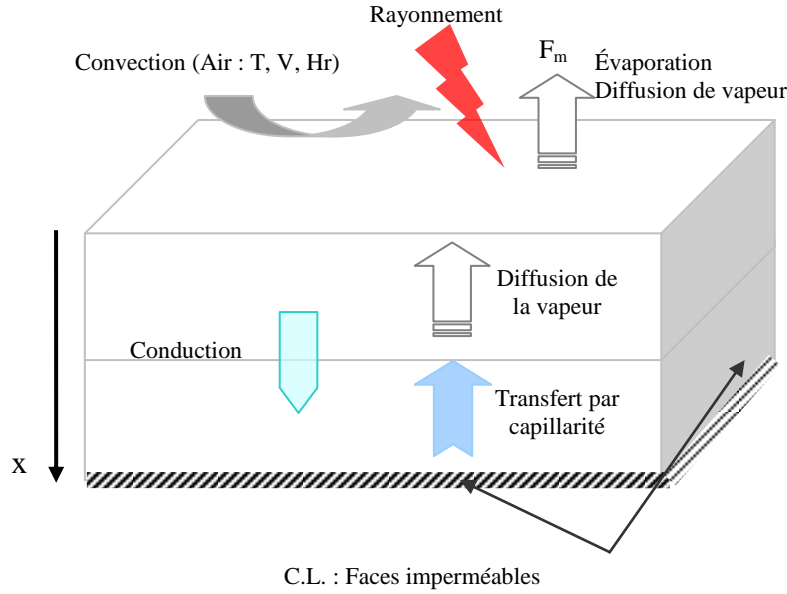


Figure IV.1 : Schématisation des transferts thermique et hydrique dans un matériau poreux.

IV.1.1 Equations de transfert de chaleur et de masse au sein du matériau

Dans le cas des transferts monodimensionnels, l'équation globale de conservation de la masse s'exprime sous la forme :

$$\frac{\partial W}{\partial t} - \frac{\partial}{\partial x} \left[\frac{1}{\rho_s} \left((D_l^T + D_v^T) \frac{\partial T}{\partial x} + (D_l^W + D_v^W) \frac{\partial W}{\partial x} \right) \right] = 0 \quad (IV.1)$$

En négligeant le terme du transfert convectif, l'équation I.22 relative au transfert de chaleur s'écrit :

$$\overline{\rho C_p} \frac{\partial T}{\partial t} - \frac{\partial}{\partial x} \cdot \left(\lambda^* \frac{\partial T}{\partial x} \right) - K L_v = 0 \quad (IV.2)$$

avec $\overline{\rho C_p}$ le produit de la masse volumique par la capacité thermique du milieu humide exprimé par l'équation IV.3 :

$$\overline{\rho C_p} = \bar{\rho}_s C_{p_s} + \bar{\rho}_l C_{p_l} + \bar{\rho}_v C_{p_v} + \bar{\rho}_a C_{p_a} \quad (IV.3)$$

et K le taux de changement de phase donné par la relation :

$$K = \frac{\partial}{\partial x} \left(D_v^T \frac{\partial T}{\partial x} + D_v^W \frac{\partial W}{\partial x} \right) = \frac{\partial \dot{m}_v}{\partial x} \quad (IV.4)$$

IV.1.2 Conditions aux limites

Les conditions aux limites sont de type convectif et radiatif en surface. Quant au fond du creuset, il est considéré imperméable avec une condition de type adiabatique ou température imposée. La mise en équation de ces échanges est réalisée de la manière suivante :

- **Interface air-produit**

La conservation de flux de chaleur permet d'écrire :

$$-\lambda^* \frac{\partial T}{\partial x} - \rho_l \bar{V}_l L_v = h_c (T_a - T(0,t)) + h_r (T_p - T(0,t)) \quad (IV.5)$$

où h_c et h_r représente respectivement les coefficients d'échange par convection et par rayonnement.

La conservation du flux de masse est donnée par l'équation suivante :

$$-(\bar{\rho}_v^g \bar{V}_v + \rho_l \bar{V}_l) = F_m = k_m \frac{P_t M_v}{RT_{film}} \ln \left(\frac{P_t - P_{v\infty}}{P_t - P_{v surf}} \right) \quad (IV.6)$$

Soit encore :

$$-(D_l^T + D_v^T) \frac{\partial T}{\partial x} - (D_l^W + D_v^W) \frac{\partial W}{\partial x} = k_m \frac{P_t M_v}{RT_{film}} \ln \left(\frac{P_t - P_{v\infty}}{P_t - P_{v surf}} \right) \quad (IV.7)$$

• *Interface creuset-produit*

Si la condition limite au niveau du creuset est de type adiabatique (condition de Newman), elle s'exprime ainsi :

$$\left(-\lambda^* \frac{\partial T}{\partial x} - \bar{\rho}_v^g \bar{V}_v L_v \right)_n = 0 \quad (IV.8)$$

Si elle est de type température imposée (condition de Dirichlet), elle se présente ainsi :

$$T = T_{exp} \quad (IV.9)$$

La surface du creuset étant imperméable, le flux masse qui la traverse est nul. Ceci est interprété par la condition aux limites suivante :

$$(\bar{\rho}_v^g \bar{V}_v + \rho_l \bar{V}_l)_n = 0 \quad (IV.10)$$

IV.2 Résolution numérique des équations

L'ensemble des équations présentées précédemment conduit à un système d'équations différentielles non linéaires fortement couplées. La résolution de ce système revient donc à déterminer l'évolution des champs de températures et de teneurs en eau sur un intervalle du temps $I = [0, t_{fin}]$ et un domaine de l'espace $D = [0, e]$ en connaissant :

- Les conditions initiales et les conditions aux limites
- Les propriétés physiques du matériau

La discrétisation spatiale du système d'équations est faite par la méthode des volumes finis (Patankar, 1980) qui consiste à diviser le domaine de calcul en un certain nombre de volume de contrôle construit autour des points de maillage. Le maillage structuré retenu est un maillage régulier. Les deux variables d'état T et W ont donc un profil linéaire entre deux nœuds de maillage consécutifs (*Figure IV.2*).

La dérivée spatiale première des deux variables d'état est approximée à partir d'un

développement de Taylor de premier ordre, à l'interface de nœud i et $i+1$, celle-ci s'écrit :

$$\left. \frac{\partial Y}{\partial x} \right|_{i+1/2} = \frac{Y_{i+1} - Y_i}{\Delta x} \quad (\text{IV.11})$$

Dès lors, la dérivée spatiale seconde relative au terme conductif et au taux de changement de phase s'approxime par :

$$\left. \frac{\partial}{\partial x} \left(F \frac{\partial Y}{\partial x} \right) \right|_i = \frac{1}{\Delta x^2} [F_{i+1/2} Y_{i+1} - (F_{i+1/2} + F_{i-1/2}) Y_i + F_{i-1/2} Y_{i-1}] \quad (\text{IV.12})$$

Y représente les variables d'état (T ou W) et F , la conductivité thermique équivalente ou les coefficients de transfert hydrique.

De même, la dérivée temporelle première de la température ou de la teneur en eau au nœud i est approximée par :

$$\left. \frac{\partial Y}{\partial t} \right|_i = \frac{Y_i^{k+1} - Y_i^k}{\Delta t} \quad (\text{IV.13})$$

À l'interface de deux nœuds successifs, et afin d'assurer la continuité du flux de chaleur, la conductivité thermique est approximée par une moyenne harmonique. Toutes les autres propriétés physiques sont approximées par une moyenne arithmétique.

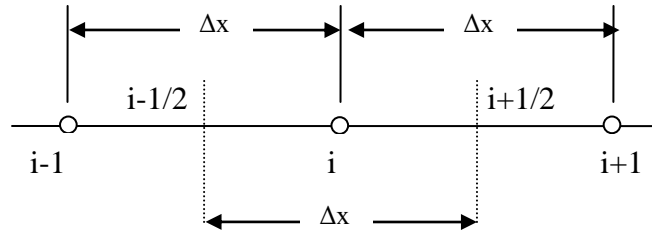


Figure IV.2 : Volume de contrôle en 1-D.

L'ensemble des équations ainsi discrétisées pour chacun des volumes est alors exprimé et résolu sous la forme matricielle :

$$[C][\dot{Y}] = [A][Y] + [B] \quad (\text{IV.14})$$

où A est une matrice tridiagonale, B un vecteur regroupant les termes sources, C une matrice diagonale et Y est le vecteur lié à la teneur en eau et à la température.

La résolution temporelle de ces systèmes est obtenue par une méthode itérative. Chaque système d'équations est intégré d'une façon indépendante par un schéma de calcul de type implicite. L'utilisation de ce schéma implicite en temps permet de s'assurer de la stabilité de la solution.

La non linéarité est traitée pour chaque système avec un test de convergence sur chaque variable. Dans chaque boucle, les caractéristiques dépendant de la variable correspondante sont recalculées à chaque itération. Le test de convergence global réalisé sur les deux variables du système permet de traiter le couplage de système d'équations. Le cycle est répété jusqu'à ce que l'écart entre deux valeurs successives de la teneur en eau et de la température

respecte le critère de convergence global. Le modèle est programmé en langage Fortran.

IV.3 Etude de sensibilité

Cette étude est réalisée sur le béton cellulaire qui est un matériau capillaro-poreux hygroscopique de porosité proche de 0,8. Sa fabrication industrielle assure une bonne reproductibilité de ses propriétés. L'essentiel de ces propriétés physiques provient de la thèse de Bellini (1992) (Tableau IV.1 et Figure IV.3).

Tableau IV.1 : Propriétés du béton cellulaire.

Porosité (-)	Masse volumique apparente sèche (kg.m ⁻³)	Conductivité thermique équivalente (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	Chaleur spécifique équivalente (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	Emissivité (-)
0,80	450	0,15 + 0,46 W	840	0,90

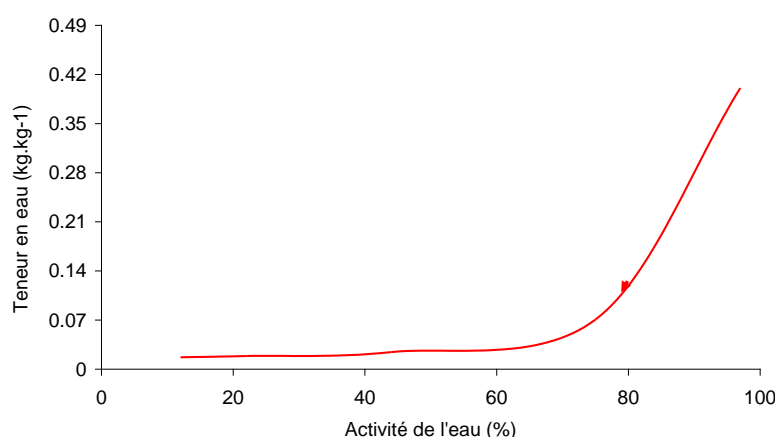


Figure IV.3 : Isotherme de désorption du béton cellulaire à 22°C.

Les expressions des quatre coefficients de transfert hydrique D_l^w , D_v^w , D_l^T et D_v^T du béton cellulaire récapitulées dans le Tableau IV.2 sont issues de la thèse de Lecharpentier (2002). L'auteur a proposé pour D_l^w une évolution exponentielle avec la teneur en eau et a considéré D_l^T constant à cause de sa faible variation avec les deux variables T et W . Quant aux coefficients D_v^w et D_v^T , ils sont exprimés en fonction de l'activité de l'eau (à travers la pression de vapeur) qui est une grandeur mesurable expérimentalement, de l'inverse de la tortuosité μ de la perméabilité à la vapeur f . Cette dernière est une fonction de forme polynomiale de la teneur en eau normalisé W_{eq} dont l'expression est donnée dans le Tableau IV.2. Les courbes représentatives des évolutions des quatre coefficients avec la teneur en eau sont présentées par la Figure IV.4.

Tableau IV.2 : Expressions des coefficients de transferts hydriques.

$D_l^T = 2 \cdot 10^{-11}$
$D_l^w = \exp(-24,18 + 70,32W - 162,9W^2 + 193,3W^3 - 114,9W^4 + 27,35W^5)$

$D_v^T = \mu f D_0 \left(\frac{M_a M_v}{MRT} \right) \left(\frac{\partial P_v^g}{\partial T} \right)$	$\begin{cases} \mu f = 0,3(1 - 3W_{eq}^2 + 2W_{eq}^3) \\ D_0 = 2,17 \cdot 10^{-5} \left(\frac{T}{273,15} + 1 \right)^{1,88} \\ W_{eq} = \frac{W - W_{hyg}}{W_{sat} - W_{hyg}} \end{cases}$
$D_v^W = \mu f D_0 \left(\frac{M_a M_v}{MRT} \right) \left(\frac{\partial P_v^g}{\partial W} \right)$	

La teneur en eau hygroscopique W_{hyg} correspond à la teneur en eau de l'adsorption de la monocouche, elle peut être extraite par ajustement de l'isotherme de désorption avec le modèle de GAB. La teneur en eau de saturation W_{sat} est calculée à partir de la porosité du produit et sa masse volumique sèche selon l'expression :

$$W_{sat} = \varepsilon \frac{\rho_l}{\rho_s} \quad (IV.15)$$

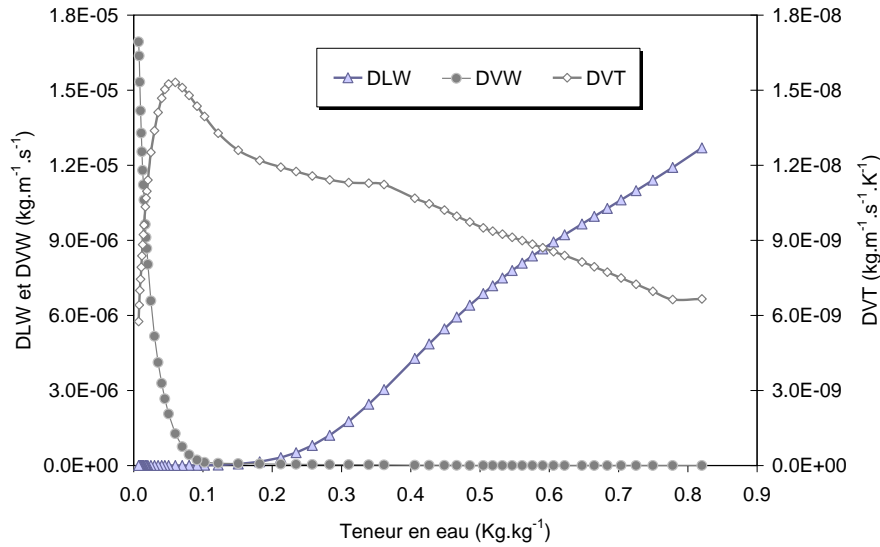


Figure IV.4 : Evolutions des coefficients de diffusion du béton cellulaire avec la teneur en eau (Lecharpentier, 2002).

IV.3.1 Simulation de référence

La simulation est réalisée avec les conditions aérauliques précisées dans le Tableau IV.3. La température au fond du produit est prise égale à la température mesurée au cours d'une expérimentation qui est présentée par la Figure IV.5. Un maillage uniforme constitué de 21 nœuds et un pas du temps constant de 0,5 secondes sont appliqués.

Tableau IV.3 : Conditions de séchage.

Conditions aérothermiques	T _{air} moyenne (°C)	50
	Hr (%)	12
Coefficients de convection et de rayonnement	h _c (W.m ⁻² .K ⁻¹)	30
	h _r (W.m ⁻² .K ⁻¹)	$h_r = 4\zeta\sigma T_{film}^3$ $T_{film} = \frac{T_{air} + T(x=0)}{2}$

La Figure IV.5 présente les évolutions au cours du temps de la température et de la teneur en eau à différentes profondeurs du matériau. On remarque que les deux périodes : de mise en

régime et de séchage à vitesse constante sont très courtes en comparaison avec les phases de ralentissement et de mise en équilibre. La teneur en eau en surface du produit chute très rapidement pour atteindre le domaine hygroscopique au bout des deux premières heures du séchage entraînant ainsi un fort gradient de teneur en eau. Quant à la température de surface, elle reste stable durant la période du séchage à vitesse constant puis commence à augmenter pour se stabiliser au bout de 30 heures à une température proche de la celle de l'air de séchage.

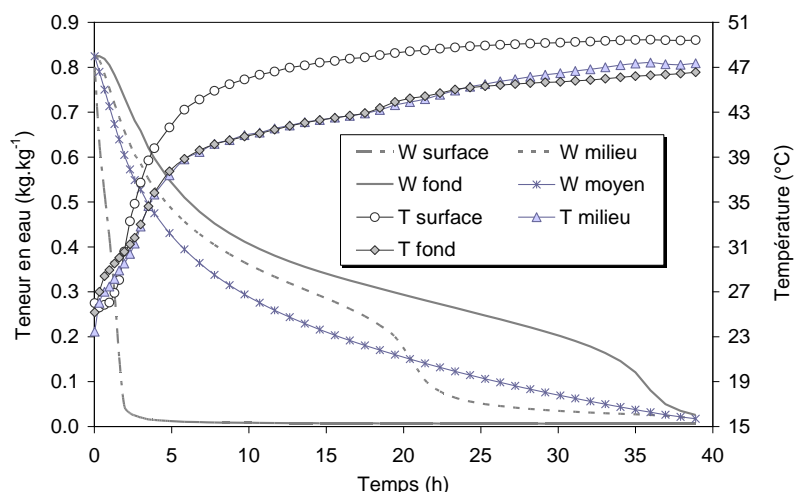


Figure IV.5 : Cinétique de séchage simulée du béton cellulaire.

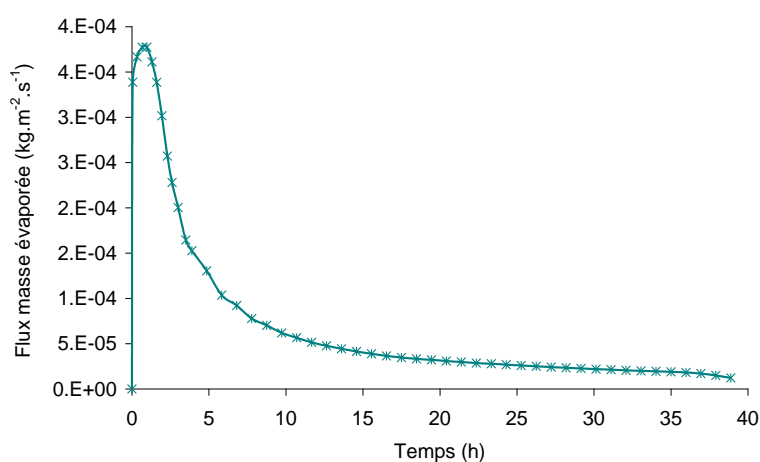


Figure IV.6 : Flux masse évaporé en fonction du temps.

IV.3.2 Sensibilité du modèle aux coefficients de transfert hydrique

Etant donné que les coefficients de transfert hydrique introduits dans le code de calcul sont issus de la littérature, ils ont souvent un degré d'incertitude important pouvant avoir un impact considérable sur l'exactitude des prédictions des variables T et W . De ce fait, Il est important d'étudier la réponse du modèle aux variations de ces paramètres et de quantifier leurs impacts par le biais d'une analyse de sensibilité (Saltelli *et al*, 1999).

De ce fait, plusieurs simulations ont été exécutées. A chaque simulation, une variation de 10% est apportée au coefficient étudié et les réponses obtenues sont comparées aux réponses de la

simulation de référence à travers le tracé des écarts des températures à deux niveaux (en surface et au milieu du produit) et les écarts des teneurs en eau moyennes et des flux masse d'eau évaporée.

La Figure IV.7 présente les écarts entre les températures de surface simulées à partir des variations de 10% des coefficients D_l^w , D_v^w et D_v^T et la température de référence. L'étude montre que la période de séchage à vitesse constante est marquée par l'insensibilité de la température de surface aux variations des trois coefficients. Au-delà de cela, et essentiellement durant la première phase de ralentissement, on enregistre une forte sensibilité au coefficient D_l^w , celle-ci se manifeste sous forme d'un pic d'une amplitude de $-0,58^\circ\text{C}$ correspondant à une erreur relative de 3%. L'écart entre les deux températures diminue au cours de la deuxième phase de ralentissement pour se stabiliser aux alentours de $0,1^\circ\text{C}$. Sur la même figure, on montre que la sensibilité de la température de surface au coefficient D_v^w est d'une intensité plus faible, son augmentation de 10% implique une diminution de la température de surface par rapport à celle de référence aux cours de la première phase de ralentissement et une partie de la seconde. Par la suite, cette variable passe au dessus de la température de référence avec un écart de $0,1^\circ\text{C}$. Toujours sur la même figure, on montre qu'une variation de 10% de D_v^T provoque une erreur très faible, elle n'excède pas $\pm 0,015^\circ\text{C}$, ce qui est 5 à 10 fois inférieure à celles générées par les coefficients D_l^w et D_v^w .

La Figure IV.8 montre que la sensibilité de la température du milieu au coefficient D_l^w est moins importante que celle de la température de surface au même coefficient. Elles varient de $0,1$ à $0,35^\circ\text{C}$ en valeur absolue. Quand au coefficient D_v^w , si on compare cette sensibilité à celle enregistrée sur la température de surface, elle est deux fois plus importante. Une sensibilité relativement faible de la température du milieu est enregistrée également avec la variation du coefficient D_v^T .

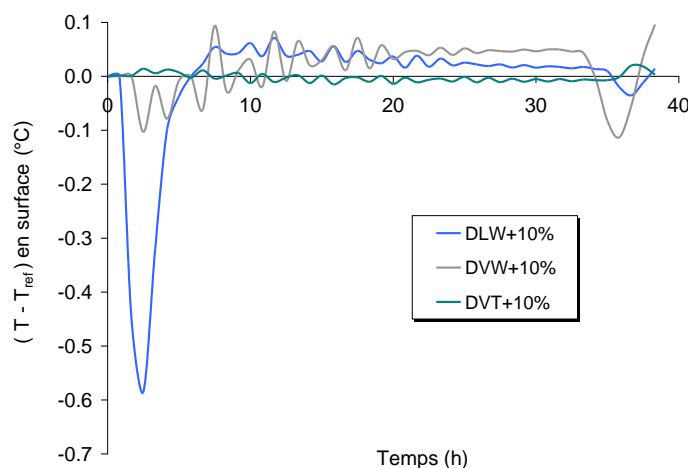


Figure IV.7 : Influence de D_v^w , D_l^w et D_v^T sur la température de surface.

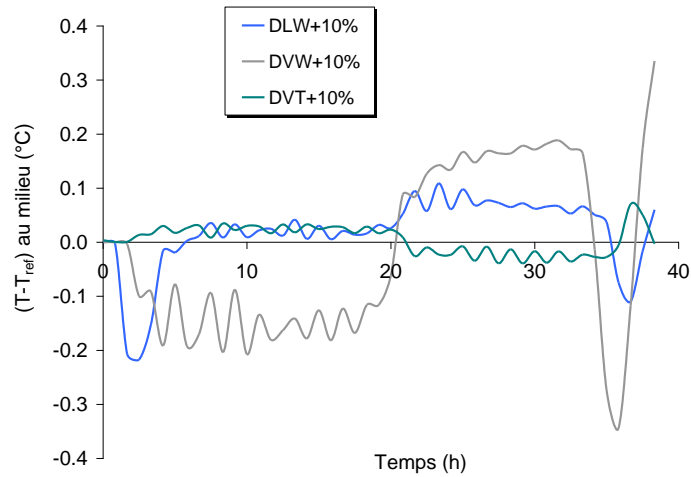


Figure IV.8 : Influence de D_v^w , D_l^w et D_v^T sur la température du milieu.

Pour la teneur en eau moyenne (Figure IV.9), on remarque qu'en augmentant de 10% le coefficient D_l^w , le transfert de l'eau en phase liquide augmente engendrant ainsi une augmentation du flux masse d'eau évaporée (Figure IV.10), et donc une diminution de la teneur en eau moyenne du produit. La phase de séchage à vitesse constante et la première phase de ralentissement sont les plus influencées par les variations du coefficient D_l^w (soient des écarts de $\pm 0,01 \text{ kg.kg}^{-1}$ en teneur en eau et de $1,4 \cdot 10^{-5} \text{ kg.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$ en flux masse d'eau évaporée). Cette sensibilité importante au début de séchages est due à l'importance des transferts par capillarité à des teneurs en eau élevées.

Contrairement à D_l^w , la sensibilité au coefficient D_v^w est inversement proportionnelle à la teneur en eau. Elle augmente avec la diminution de la teneur en eau enregistrant ainsi un impact plus important au cours de la deuxième phase de ralentissement et la phase de mise en équilibre, marquées par un écart maximum d'environ $-0,015 \text{ kg.kg}^{-1}$. Le coefficient D_v^T a un effet inverse, son augmentation de 10% entraîne un séchage moins rapide du produit et donc un flux masse d'eau évaporée plus faible.

Concernant le coefficient D_l^T , aucune sensibilité des quatre variables ni enregistrée à la variation de ce paramètre. La négligence de ce coefficient n'a aucun effet sur la réponse du modèle.

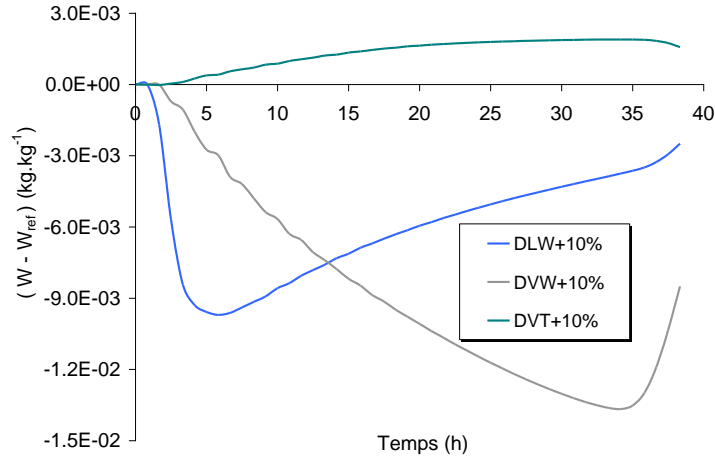


Figure IV.9 : Influence de D_v^w et D_l^w sur la teneur en eau moyenne.

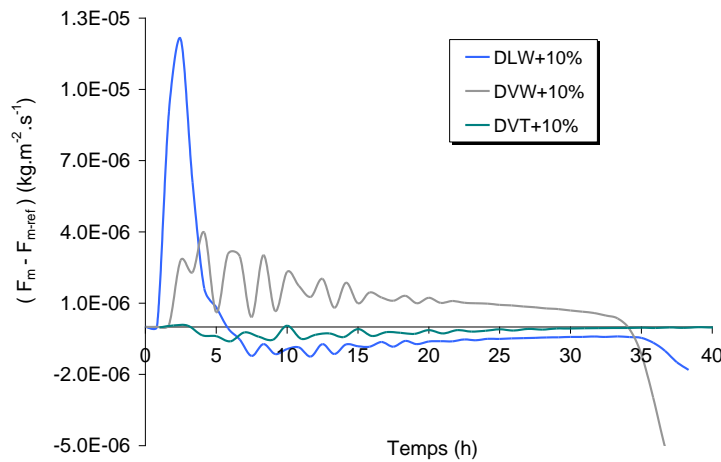


Figure IV.10 : Influence de D_v^w et D_l^w sur le flux masse évaporée.

A travers cette étude de sensibilité, nous avons mis en avant l'incidence et le rôle que peut jouer chacun des coefficients dans la simulation. De ce fait, il est importance de bien appréhender et d'évaluer les coefficients D_l^w et D_v^w pour s'assurer de l'exactitude des réponses simulées. Dans la partie suivante, nous verrons comment déterminer ces coefficients en ayant recours à l'estimation par méthode inverse.

IV.4 Méthode d'estimation développée

IV.4.1 Description de la méthode

Les équations 1 et 2 représentatives des transferts de chaleur et de masse dans le milieu poreux constituent le système d'équations à résoudre avec deux variables de sortie : la température T et la teneur en eau W . Le problème inverse consiste à identifier les inconnus du système, qui sont dans ce cas les coefficients de transport hydrique, à partir des valeurs de variables de sortie. L'identification des paramètres se fait par la minimisation d'une fonction

« objectif » qui est l'écart entre les valeurs de variables de sortie expérimentales et simulées. Au minimum de cette fonction correspond un jeu de paramètres optimal. Le principal avantage de cette méthode est que le couplage entre les équations de transfert est pris en compte ainsi que la résistance aux transferts aux interfaces et les conditions réelles subites par le matériau.

Notre choix s'est penché vers les méthodes déterministes locales. Ces dernières sont caractérisées par leurs rapidités. Cependant, il est important de signaler que ce type de méthodes, comparées à des méthodes stochastiques, peut donner lieu à plusieurs minima locaux et rendre la solution dépendante du choix de paramètres initiaux.

Nous avons ainsi utilisé la fonction DNCONF de la bibliothèque IMSL du Fortran. Cette fonction est basée sur l'algorithme de programmation quadratique séquentielle SQP qui a comme idée de base de transformer le problème d'optimisation non linéaire avec contraintes en une suite de sous problèmes quadratiques (Edgar & Himmelblau, 2001).

Le problème est alors formulé ainsi :

$$\begin{aligned} & \min_{p \in R^n} S(p) \\ \text{Sachant que : } & \begin{cases} g_j(p) = 0, \text{ pour } j = 1, \dots, m_e \\ g_j(p) \geq 0, \text{ pour } j = m_{e+1}, \dots, m \\ p_l \leq p \leq p_u \end{cases} \end{aligned}$$

Soient $p^k \in R^n$ l'itéré courant et $\lambda^k \in R^m$ l'estimé courant des multiplicateurs de Lagrange, la méthode SQP nécessite de considérer à chaque itération le problème quadratique tangent suivant :

- Minimiser : $q(\Delta p^k) = \nabla S(p^k)^T \Delta p^k + \frac{1}{2} (\Delta p^k)^T \nabla^2 L(p^k, \lambda^k) \Delta p^k$

Où L est le Lagrangien, défini ainsi : $L: R^n \times R^m \rightarrow R$ avec : $L(p, \lambda) = S(p) + \lambda^T g(p)$

- Sous les contraintes $\begin{cases} g_j(p^k) + \nabla g_j(p^k)^T \Delta p^k = 0 \text{ pour } j = 1, \dots, m_e \\ g_j(p^k) + \nabla g_j(p^k)^T \Delta p^k \geq 0 \text{ pour } j = m_{e+1}, \dots, m \end{cases}$
- Et : $p_l - p^k \leq \Delta p^k \leq p_u - p^k$

Donc à l'itération k , on prend pour direction de descente en p^k et pour nouvel estimateur de multiplicateur de Lagrange, une paire $(\Delta p, \lambda)$ du problème quadratique, appelée aussi la paire de Karush, Kuhn et Tucker (KKT).

L'algorithme s'écrit de la façon suivante :

1. initialiser (p^0, λ^0)
2. trouver un point p de KKT $(\Delta p, \lambda)$ du sous problème quadratique
3. rechercher un pas $\alpha > 0$ dans la direction Δp en utilisant la fonction de mérite.
4. test d'arrêt et boucle : $p^{k+1} = p^k + \alpha \Delta p, \lambda^{k+1} = \lambda^k$

La fonction « objectif » est la somme des écarts quadratiques entre la température de surface

et la teneur en eau moyenne expérimentales et simulées. Ces deux variables d'espace et du temps sont de nature différente, pour leurs donner le même ordre de grandeur, il semble important de les diviser par leurs valeurs maximales. La fonction « objectif » est donc présentée ainsi :

$$S(p) = \sum_{i=1}^N \left[\alpha \left(\frac{W_i - \tilde{W}_i(p)}{W_{initial}} \right)^2 + (1 - \alpha) \left(\frac{T_i - \tilde{T}_i(p)}{\max(T_{surf})} \right)^2 \right] \quad (IV.16)$$

avec N le nombre de mesures et p le vecteur des paramètres inconnus. (W, T) et (\tilde{W}, \tilde{T}) sont respectivement les vecteurs de la teneur en eau et de la température expérimentales et simulées. La minimisation peut être réalisée sous contraintes et les valeurs des paramètres sont bornées. Le calcul est arrêté lorsque l'un des critères suivants est satisfait :

$$S(p^k) < \varepsilon \quad \text{et} \quad \|p^{k+1} - p^k\| < \varepsilon' \quad (IV.17)$$

ε et ε' étant les tolérances sur la fonction objectif et les paramètres.

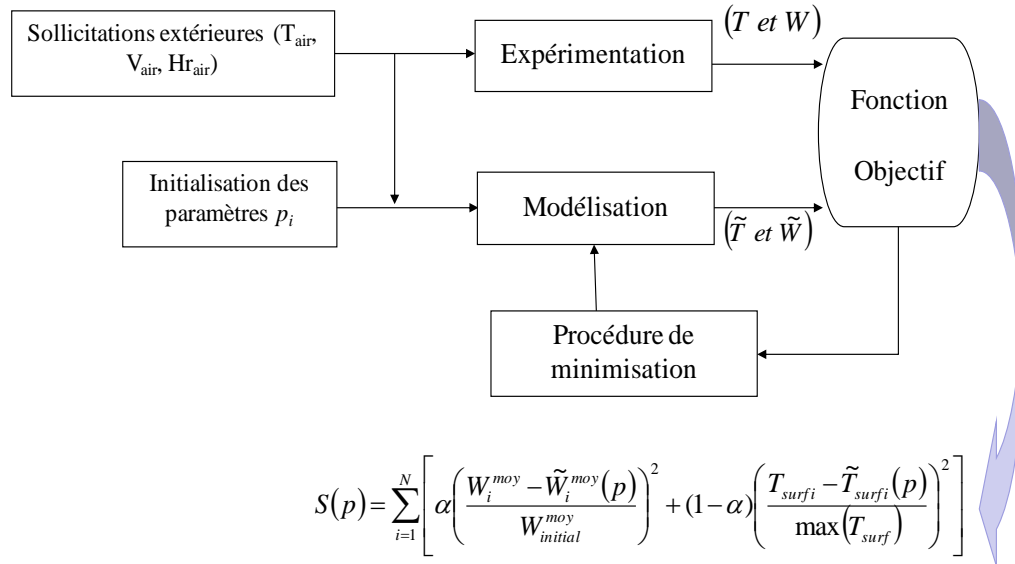


Figure IV.11 : Schéma du principe d'estimation des paramètres p_i .

IV.4.2 Application de la méthode

IV.4.2.1 Estimation des paramètres à partir d'un cas théorique

Le premier test réalisé consiste à déterminer les coefficients D_v^w et D_l^w en considérant les coefficients D_v^T et D_l^T parfaitement connus (Tableau IV.2). La détermination de ces coefficients D_v^w et D_l^w nécessite la connaissance de la perméabilité relative à la phase liquide et de la pression capillaire pour le premier coefficient et la perméabilité à la vapeur d'eau, la tortuosité et l'isotherme de désorption pour le deuxième. Toutes ces propriétés évoluent avec la teneur en eau à l'exception de la tortuosité. Afin de limiter le nombre des paramètres à estimer, nous avons choisi de remplacer leurs expressions par des équations de formes exponentielles avec quatre inconnus (équations (IV.18) et (IV.19)).

$$D_L^w = \exp\left(p_1 + \frac{p_2}{W}\right) \quad (IV.18)$$

$$D_V^w = -\exp(p_3 + p_4 \cdot W) \quad (IV.19)$$

IV.4.2.1.1 Etude de sensibilité des paramètres à estimer

L'étude de sensibilité de la température de surface et de la teneur en eau moyenne aux variations des paramètres p_i et la connaissance des matrices de variance et de covariance et les matrices de corrélation sont importantes pour avoir des informations sur la possibilité d'estimer les quatre paramètres simultanément.

On définit alors un coefficient de sensibilité de la variable \tilde{Y}_j au paramètre p_i ainsi :

$$C_{ij}(t, p) = \left. \frac{\partial \tilde{Y}_j}{\partial p_i} \right|_{p_k} \quad k \neq i \quad (IV.20)$$

et comme la variable \tilde{Y}_j n'est pas simplement dérivable en p_i , on utilise une approximation en différences centrées pour réécrire la dérivée partielle.

$$C_{ij}(t, p) = \frac{\tilde{Y}_j(t, p_1, p_2, \dots, p_i + \Delta p_i, \dots, p_n) - \tilde{Y}_j(t, p_1, p_2, \dots, p_i - \Delta p_i, \dots, p_n)}{2\Delta p_i} \quad (IV.21)$$

Δp_i représente 1% de p_i .

Afin de pouvoir comparer les sensibilités aux différents paramètres, on définit un coefficient de sensibilité réduit, exprimé ainsi :

$$C_{ij}^*(t, p) = p_i \cdot C_{ij}(t, p) \quad (IV.22)$$

Ce coefficient, qui est de même unité que la variable \tilde{Y}_j , permet de quantifier l'amplitude de cette dernière provoquée par une variation de 1% de p_i .

Dans l'étude des sensibilités, les valeurs des paramètres introduites dans le modèle sont indiquées dans le Tableau IV.4.

Tableau IV.4 : Valeurs des paramètres des coefficients de diffusion pour le calcul des sensibilités.

Paramètres	p_1	p_2	p_3	p_4
Valeurs théoriques	-11,66	-0,275	-10,54	-44,65

La Figure IV.12 et la Figure IV.13 représentent les évolutions en fonction du temps des sensibilités réduites de la teneur en eau moyenne et de la température de surface aux paramètres p_1 , p_2 , p_3 et p_4 . On remarque que les quatre paramètres n'ont pas d'influence sur les variables au cours des deux premières heures de séchage. Durant la période de ralentissement, la sensibilité de la teneur en eau moyenne aux paramètres p_1 et p_2 évolue pour atteindre son maximum au bout de 7 heures de séchage (1,6 kg.kg⁻¹ pour p_1 et 0,12 kg.kg⁻¹ pour p_2) et décroît par la suite pour s'annuler quand l'équilibre hygroscopique du matériau est atteint. On enregistre également une augmentation progressive des sensibilités aux paramètres p_1 et p_2 avec un maximum de 1,1 kg.kg⁻¹ pour le premier et 0,15 kg.kg⁻¹ pour

le deuxième au bout de 30 heures. On remarque que ces sensibilités sont largement supérieures au bruit de mesure ce qui est une condition nécessaire mais pas suffisante pour pouvoir estimer les quatre paramètres correctement.

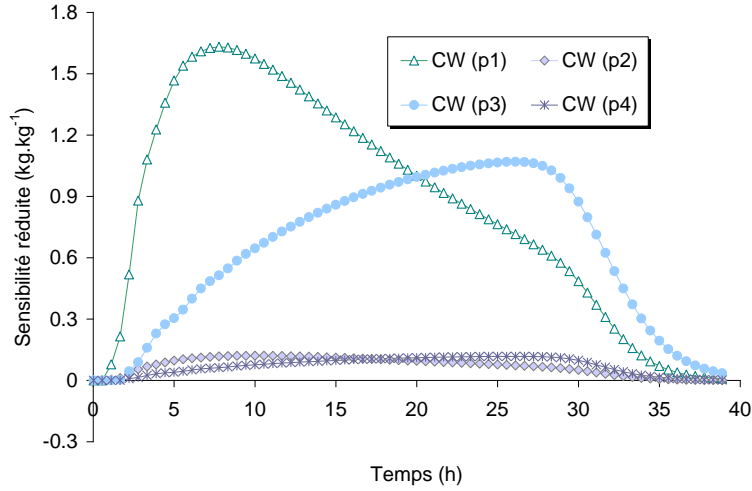


Figure IV.12 : Sensibilité de la teneur en eau moyenne aux variations des paramètres p_i .

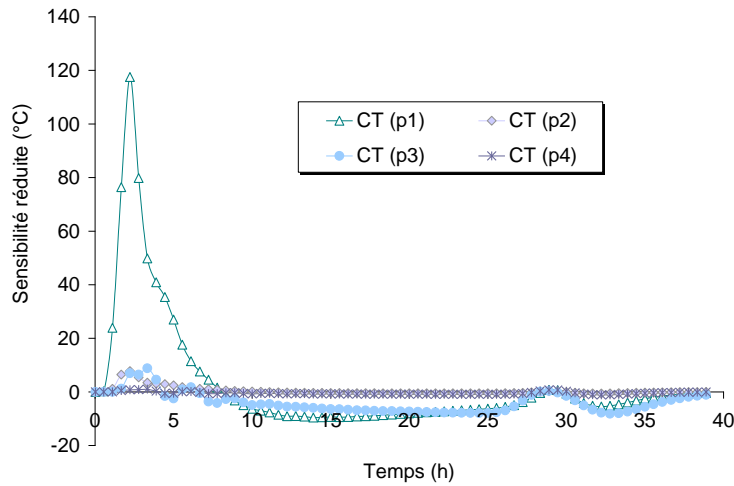


Figure IV.13 : Sensibilité de la température de surface aux variations des paramètres p_i .

Les sensibilités de la température de surface aux variations des paramètres p_2 , p_3 et p_4 se manifestent sous forme de deux piques, l'un apparaît entre la deuxième et la troisième heure de séchage d'une largeur de deux heures environ et l'autre en fin de séchage. On remarque que le paramètre p_1 a la plus importante influence sur la température de surface tout au long du séchage avec un pique d'une amplitude de 120°C. La température de surface est très peu influencée par le paramètre p_4 .

Maintenant on va évaluer la variance des estimateurs des différents paramètres p_i . Cela nécessite le calcul de la matrice de variance covariance du vecteur-paramètre qui est exprimée ainsi :

$$Var(p_i, p_m) = \sigma_n^2 (C_j^T C_j)^{-1} = \sigma_n^2 \begin{bmatrix} \sum_{k=1}^N (C_{ij}(t_k, p)) & \sum_{k=1}^N C_{ij}(t_k, p) \cdot (C_{mj}(t_k, p)) \\ \sum_{k=1}^N C_{ij}(t_k, p) \cdot (C_{mj}(t_k, p)) & \sum_{k=1}^N (C_{mj}(t_k, p)) \end{bmatrix} \quad (IV.23)$$

Le facteur de corrélation entre deux paramètres est donné par la relation suivante :

$$\rho(p_i, p_m) = \frac{Cov(p_i, p_m)}{\sqrt{Var(p_i) \cdot Var(p_m)}} \quad (IV.24)$$

Ce facteur permet d'analyser le degré de corrélation entre deux paramètres p_i et p_m et de voir s'ils sont plus ou moins dépendants.

Le Tableau IV.5 et le Tableau IV.6 donnent respectivement les matrices de variance et de corrélations calculées à partir des coefficients de sensibilités réduites de la teneur en eau moyenne et de la température de surface.

Tableau IV.5 : Matrices de variances.

Température de surface					Teneur en eau moyenne				
	p_1	p_2	p_3	p_4		p_1	p_2	p_3	p_4
p_1	502,7	33,48	67,17	8,11	p_1	0,2922	0,0216	0,0741	0,0099
p_2		2,31	4,66	0,55	p_2		0,0017	0,0091	0,0011
p_3			14,85	1,91	p_3			0,1337	0,0150
p_4				0,28	p_4				0,0017

Tableau IV.6 : Matrices de corrélations.

Température de surface					Teneur en eau moyenne				
	p_1	p_2	p_3	p_4		p_1	p_2	p_3	p_4
p_1	1,000	0,982	0,778	0,687	p_1	1,000	0,964	0,375	0,449
p_2		1,000	0,795	0,688	p_2		1,000	0,599	0,661
p_3			1,000	0,941	p_3			1,000	0,996
p_4				1,000	p_4				1,000

Les couples (p_1 et p_2) et (p_3 et p_4) représentent des facteurs de corrélation très élevés. Ils sont respectivement de 0,982 et 0,941 pour la température de surface et de 0,964 et 0,996 pour la teneur en eau moyenne. Ces valeurs sont proches de 1, ce qui indique que ces paramètres sont partiellement corrélés.

Pour évaluer les performances numériques de la méthode d'estimation, nous avons réalisé plusieurs estimations selon trois scénarios différents. Le premier consiste à vérifier l'unicité de la solution en testant différents jeux de paramètres initiaux sur une cinétique de séchage théorique. Le deuxième scénario permet de tester la stabilité de la solution en appliquant un bruit de mesure sur les données théoriques. Le troisième scénario consiste à estimer les paramètres à partir d'une cinétique de séchage réelle.

IV.4.2.1.2 Unicité de la solution

L'optimisation d'un nombre important de paramètres peut mener vers une non-unicité de la solution finale. Le but de cette série d'estimation est de vérifier l'unicité de la solution en partant de différents jeux de paramètres initiaux. La température de surface et la teneur en eau moyenne injectées comme observation sont le résultat de simulation en utilisant le jeu de

paramètres présentés dans le Tableau IV.7. Par inversion nous allons tenter de retrouver ce jeu de paramètres.

Tableau IV.7 : Les valeurs des paramètres à retrouver par inversion.

Paramètres	p_1	p_2	p_3	p_4
Solution	-11,66	-0,275	-10,54	-44,65

Les résultats des estimations sont rassemblés dans le Tableau IV.8. En testant trois différents jeux de paramètres initiaux, nous constatons que le modèle converge vers la solution avec une erreur très faible. Nous avons constaté que la courbe d'évolution de la teneur en eau toute seule apporte suffisamment d'informations pour estimer correctement les paramètres p_1 , p_3 et p_4 , les valeurs initiales de ces derniers n'influencent que très peu la solution finale tandis que le paramètre p_4 est très dépendant de sa valeur initiale. Lorsque la température de surface est utilisée seule pour l'estimation des paramètres, la solution converge vers un jeu de paramètres presque unique pour différents jeux de paramètres initiaux. Par contre, les résultats obtenus représentent des erreurs importantes par rapport à la solution exacte. En tenant compte des contributions des deux variables dans le calcul de la fonction « objectif », on assure une certaine indépendance de la solution finale de jeu de paramètres initial.

Tableau IV.8 : Paramètres initiaux et estimés «cas théorique du béton cellulaire sans bruit de mesure ».

Paramètres	Initiaux	$\alpha=1$	$\alpha=0,75$	$\alpha=0,5$	$\alpha=0,25$	$\alpha=0$
p_1	-5	-11,6599	-11,6599	-11,6599	-11,6599	
p_2	-2	-0,2750	-0,2750	-0,2750	-0,2750	
p_3	-12	-10,5398	-10,5399	-10,5399	-10,5399	
p_4	-50	-44,6582	-44,6554	-44,6528	-44,6517	
$S(T)$	573,4	$1,25 \cdot 10^{-7}$	$2,51 \cdot 10^{-8}$	$6,72 \cdot 10^{-9}$	$5,46 \cdot 10^{-9}$	
$S(W)$	4172,2	$3,07 \cdot 10^{-8}$	$3,07 \cdot 10^{-8}$	$9,35 \cdot 10^{-9}$	$3,63 \cdot 10^{-9}$	
S moyenne	2372,8	$7,78 \cdot 10^{-8}$	$2,79 \cdot 10^{-8}$	$8,04 \cdot 10^{-9}$	$4,54 \cdot 10^{-9}$	
N itérations		58	54	48	64	
p_1	-3	-11,5599	-12,5042	-11,6599	-11,6599	
p_2	-4	-0,2750	$-1 \cdot 10^{-5}$	-0,2750	-0,2750	
p_3	-7	-10,5398	-24,2710	-10,5399	-10,5399	
p_4	-50	-44,6583	-38,1547	-44,6522	-44,6517	
$S(T)$	596,7	$1,34 \cdot 10^{-7}$	180,95	$1,89 \cdot 10^{-9}$	$1,89 \cdot 10^{-9}$	
$S(W)$	7888,1	$2,84 \cdot 10^{-8}$	47,21	$4,71 \cdot 10^{-9}$	$4,71 \cdot 10^{-9}$	
S moyenne	4242,4	$8,12 \cdot 10^{-8}$	114,07	$3,30 \cdot 10^{-9}$	$3,30 \cdot 10^{-9}$	
N itérations		62	19	48	43	
p_1	-5	-11,6599	-11,6599	-11,6612	-11,6599	
p_2	-1	-0,2750	-0,2750	-0,2747	-0,2750	
p_3	-5	-10,5398	-10,5399	-10,5492	-10,5399	
p_4	-45	-44,6592	-44,6522	-44,2949	-44,6524	

$S(T)$		$1,47 \cdot 10^{-7}$	$6,62 \cdot 10^{-9}$	$1,06 \cdot 10^{-4}$	$3,36 \cdot 10^{-9}$	
$S(W)$		$4,27 \cdot 10^{-8}$	$8,87 \cdot 10^{-9}$	$1,02 \cdot 10^{-4}$	$9,23 \cdot 10^{-9}$	
S moyenne		$9,48 \cdot 10^{-8}$	$7,74 \cdot 10^{-9}$	$1,04 \cdot 10^{-4}$	$6,29 \cdot 10^{-9}$	
N itérations		58	64	41	56	

Sur la Figure IV.14, nous avons tracé l'évolution de la fonction « objectif » au cours des itérations pour un facteur de pondération de 0,5. On a montré à travers cette étude l'égalité des contributions de la teneur en eau moyenne et de la température dans la minimisation de la fonction « objectif » globale durant les 7 premières itérations. Par la suite, on enregistre une légère dominance de la teneur en eau moyenne jusqu'à la 22^{ème} itération. Ceci contribue d'une manière considérable à l'ajustement des paramètres p_1 et p_2 (Figure IV.15). On remarque aussi qu'au delà des 7 premières itérations le paramètre p_3 n'évolue que très peu et le paramètre p_4 apparaît très peu sensible à la température de surface et à la teneur en eau moyenne au cours des itérations. Ce n'est qu'au bout de la 40^{ème} itération que celui-ci augmente très rapidement pour atteindre sa valeur exacte faisant passer la fonction « objectif » de 10^{-2} à 10^{-8} .

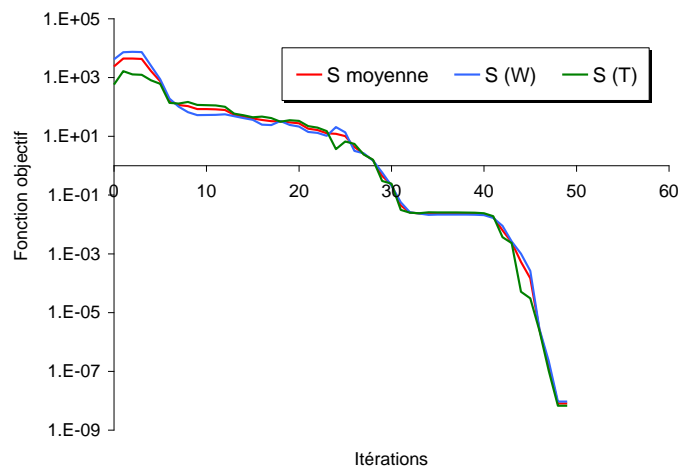


Figure IV.14 : Evolution de la fonction « objectif » au cours des itérations ($\alpha=0,5$).

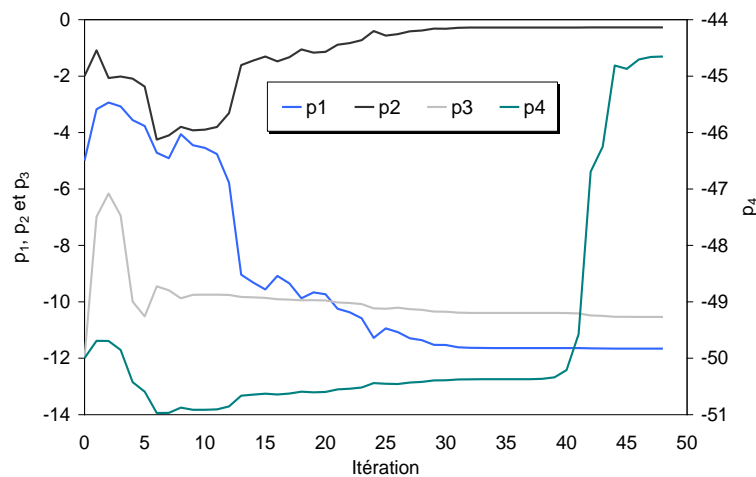


Figure IV.15 : Evolution des paramètres estimés au cours des itérations pour ($\alpha=0,5$).

IV.4.2.1.3 Stabilité de la solution

Pour tester la stabilité de la solution, nous avons superposé aux données un bruit aléatoire. Il s'agit d'un bruit blanc gaussien qui suit une loi normale. Le résultat de l'estimation pour différents facteurs de pondération est donné dans le Tableau IV.9.

Tableau IV.9 : Paramètres initiaux et estimés «cas théorique avec bruit de mesure ».

Paramètres	Initiaux	$\alpha=1$	$\alpha=0,75$	$\alpha=0,5$	$\alpha=0,25$
p_1	-5	-11,7341	-11,6997	-11,6655	-11,6124
p_2	-2	-0,2593	-0,2708	-0,2810	-0,2972
p_3	-12	-10,8901	-10,8678	-10,7875	-10,6104
p_4	-50	-33,0739	-33,4471	-35,8623	-41,6688
$S(T)$	573,4	32,71	32,57	32,43	32,29
$S(W)$	4172,2	35,60	35,62	35,62	35,95
S moyenne	2372,8	34,15	34,09	34,03	34,12
N itérations		73	50	61	64

On peut constater que le problème converge au bout d'un nombre plus important d'itérations. Le paramètre p_4 estimé est fortement dépendant de facteur de pondération. Ainsi, lorsqu'on tient compte des deux variables : température de surface et teneur en eau moyenne d'une façon égale dans le calcul de la fonction objectif, l'erreur produite sur ce paramètre est d'environ 20% de la solution exacte. Alors que l'erreur baisse pour atteindre environ 6,7% quand on donne plus de poids à la température de surface. Ces observations sont valables pour le paramètre p_3 avec des erreurs considérablement moins importantes (pour $\alpha=0,5$ l'erreur sur p_3 est de 2,3% et pour $\alpha=0,25$, elle est de 0,7%). Les paramètres p_1 et p_2 , sont mieux estimés avec des erreurs très faibles quand la fonction « objectif » est évaluée en donnant le même poids aux deux variables T et W .

IV.4.2.2 Estimation des paramètres à partir de données expérimentales

Afin d'évaluer la méthode, des données expérimentales sont maintenant exploitées. Cet essai présenté par la Figure IV.16 est extrait de la thèse de Lecharpentier (2002).

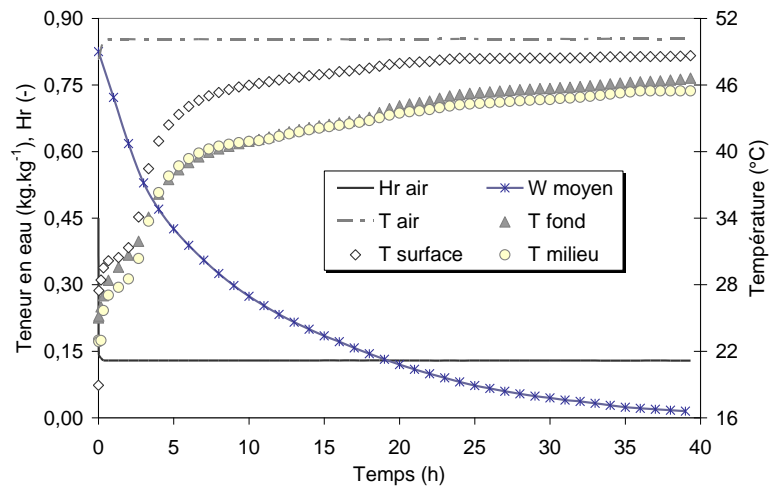


Figure IV.16 : Cinétique de séchage expérimentale du béton cellulaire (Lecharpentier, 2002).

IV.4.2.2.1 Estimation des coefficients D_l^w et D_v^w

Un seul jeu de paramètre est testé pour deux coefficients de pondérations ($\alpha=0,5$ et $\alpha=0,25$). Ces coefficients sont choisis car ils ont donné les meilleurs résultats dans les deux précédents cas. Dans le Tableau IV.10, on donne les résultats d'estimation pour ce troisième scénario.

Tableau IV.10 : Paramètres initiaux et estimés «cas expérimental ».

Paramètres	Initiaux	$\alpha=0,5$	$\alpha=0,25$
p_1	-5	-11,8210	-11,7530
p_2	-2	-0,2390	-0,2415
p_3	-12	-10,5159	-10,5994
p_4	-50	-60,0000	-60,0000
$S(T)$	491,6	71,32	63,39
$S(W)$	3138,3	11,85	26,54
S moyenne	1815,0	41,54	44,97
N itérations		45	45

La valeur la plus faible de la fonction « objectif » est enregistrée pour un facteur de pondération de 0,5. On remarque que dans les deux cas de minimisation, le paramètre p_4 converge vers sa valeur inférieure. On peut constater que ce paramètre est mal estimé sans pour autant affecter le processus d'inversion. Ceci est justifié par l'insensibilité des deux variables, température de surface et teneur en eau moyenne à ce paramètre. La Figure IV.17 représentative les évolutions des paramètres estimés au cours des itérations, elle montre que p_4 reste pratiquement invariable durant les 35 premières itérations puis il chute très rapidement pour atteindre sa borne inférieure au bout de la 38^{ème} itération. Cette chute ne contribue pas à minimiser la fonction « objectif ».

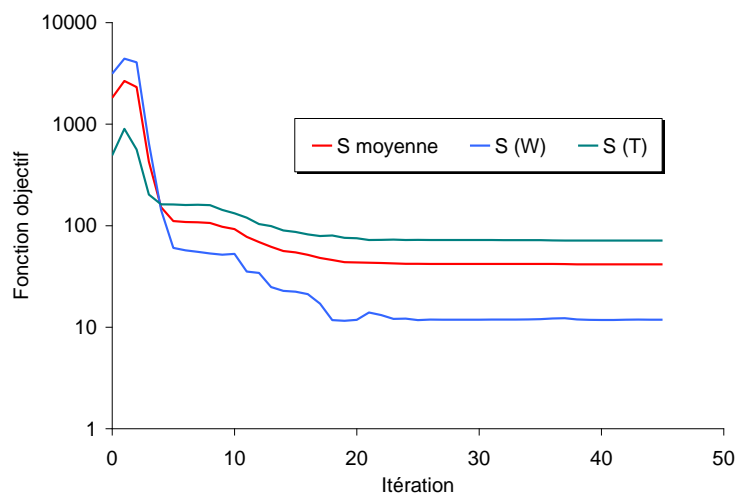


Figure IV.17 : Evolution de la fonction « objectif » au cours des itérations ($\alpha=0,5$).

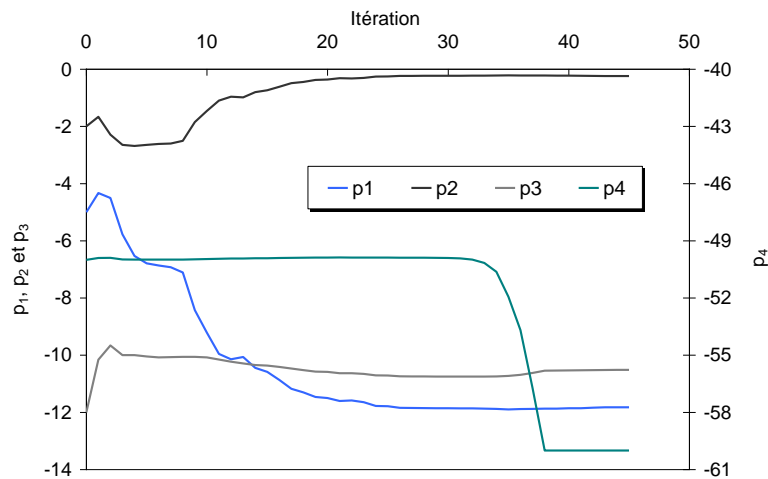


Figure IV.18 : Evolution des paramètres estimés au cours des itérations pour ($\alpha=0,5$).

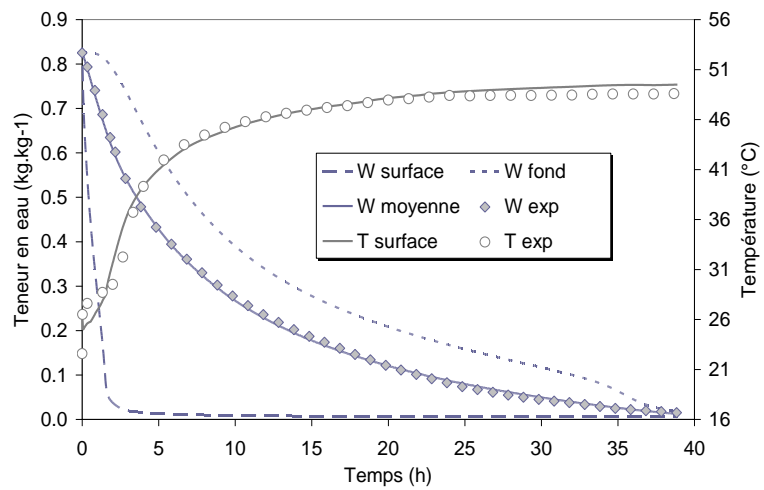


Figure IV.19 : Confrontation des cinétiques de séchage expérimentale et simulée du béton cellulaire.

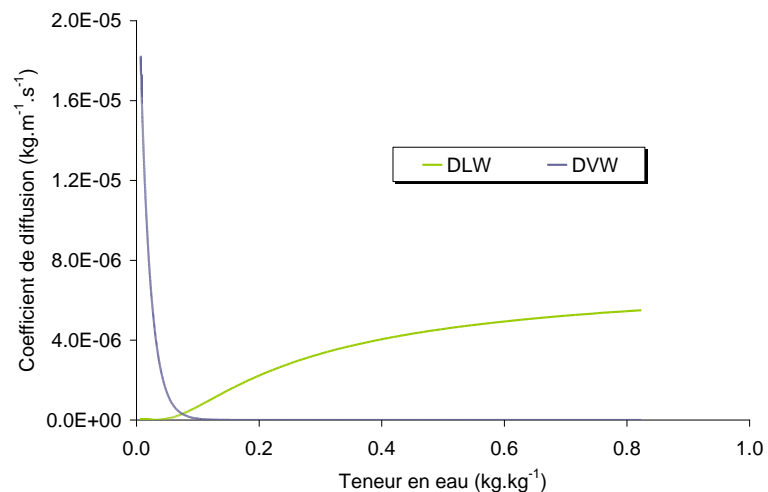


Figure IV.20 : Evolution des coefficients de diffusion estimés du béton cellulaire.

La Figure IV.19 représente une confrontation entre la cinétique de séchage expérimentale et la cinétique simulée avec le jeu de paramètres estimés pour un coefficient de pondération $\alpha=0,5$. On voit bien que les courbes représentatives des teneurs en eau moyenne simulé et

expérimentale sont superposées. Quant à la température de surface, un écart d'environ 1 à 2°C est enregistré durant les trois premières heures de séchage, ce qui correspond à la phase de séchage à vitesse constante. Cet écart se rétrécit, ainsi les deux courbes se rejoignent durant la phase de ralentissement pour se séparer légèrement durant la phase de mise en équilibre.

IV.4.2.2.2 Estimation des coefficients D_l^w , D_v^w et D_v^T

À présent, les trois coefficients de transfert hydrique D_l^w , D_v^w et D_v^T sont estimés simultanément. La forme empirique du coefficient D_l^w utilisée dans les estimations précédentes est retenue pour cette seconde série d'estimations.

En référence au chapitre 1, Jury *et* Letey (1979) ont suggéré que le produit μf peut être considéré constant. D'autres auteurs (Brook *et* Corey, 1964 ; Perré *et* Degiovanni, 1990 ; Furgusson *et* Turner, 1994 ; Couture *et al.*, 1996) ont exprimé la perméabilité en phase vapeur en fonction de la teneur en eau par des équations empiriques de forme polynomiale. En se basant sur les formes trouvées dans la littérature, nous avons proposé d'exprimer le produit μf en fonction de la teneur en eau normalisée par un polynôme d'ordre 3 (équation IV.25).

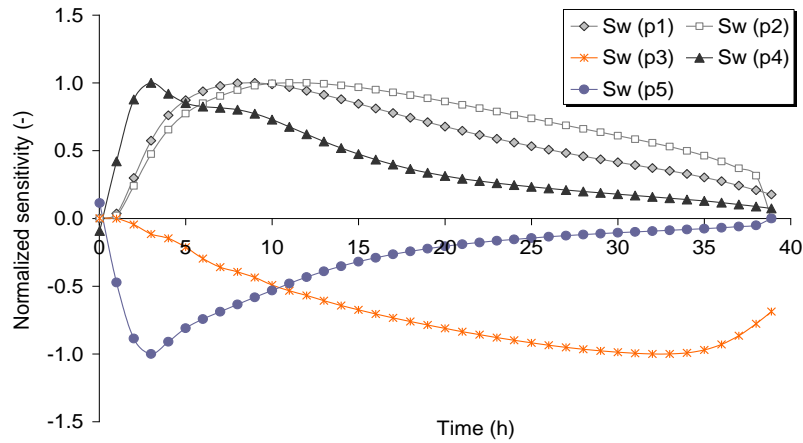
$$\mu f = p_3 + p_4 W_{eq}^2 + p_5 W_{eq}^3 \quad (IV.25)$$

Avant de se lancer dans l'estimation des cinq paramètres à partir de la cinétique de séchage expérimentale du béton cellulaire, nous allons d'abord étudier les sensibilités de la température de surface et de la teneur en eau moyenne à ces cinq paramètres pour savoir s'il est possible de les estimer simultanément.

Les sensibilités réduites des deux variables sont calculées à partir des équations IV.21 et IV.22 présentées précédemment. Ainsi, nous avons enregistré une dominance significative des paramètres p_1 et p_2 . Elles atteignent 106°C pour la température de surface et 2 kg.kg⁻¹ en teneur en eau moyenne pour le paramètre p_1 . Ces valeurs sont largement supérieures au bruit de mesure. Cependant, les plus faibles sensibilités sont obtenues avec les paramètres p_4 et p_5 . Pour montrer l'allure des courbes de sensibilités relatives, nous les avons présentées sous formes réduites normalisées en divisant les sensibilités réduites de chaque paramètre par leur maximum.

La Figure IV.21 (a) et (b) montrent que les courbes de sensibilité de la température de surface et de la teneur en eau moyenne aux paramètres p_4 et p_5 sont inversement proportionnelles. Ceci est probablement dû à une dépendance linéaire entre ces deux paramètres. Une proportionnalité moins importante est enregistrée entre les paramètres p_1 et p_2 alors que le paramètre p_3 représente des courbes de sensibilité différentes des autres ce qui est un avantage majeur pour son estimation correcte.

(a)



(b)

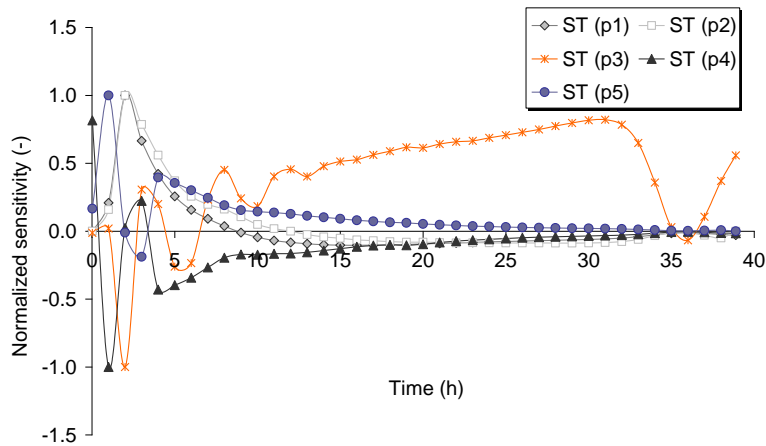


Figure IV.21 : Sensibilités réduites normalisées de la teneur en eau moyenne (a) et de la température de surface (b) (séchage convectif du béton cellulaire).

Le Tableau IV.11 rassemble les matrices de corrélation déduites des courbes de sensibilités de la teneur en eau et la température de surface précédentes. On note que le couple (p_1, p_2) présente un important coefficient de corrélation. Il est de 0,985 pour la température de surface et de 0,959 pour la teneur en eau. Le couple (p_4, p_5) montre aussi une importante dépendance avec des coefficients de corrélation moins importants que les précédents (0,973 pour la température et de 0,920 pour la teneur en eau). Cependant les coefficients de corrélation des autres couples sont largement loin de 1.

Tableau IV.11 : Matrices de corrélation « béton cellulaire ».

Température de surface					Teneur en eau					
p_1	p_2	p_3	p_4	p_5	p_1	p_2	p_3	p_4	p_5	
	1	0,985	-0,531	-0,220	0,364	1	0,959	0,124	0,937	-0,772
		1	-0,579	-0,271	0,401		1	-0,139	0,848	-0,589
			1	0,269	-0,350			1	0,307	-0,602
				1	-0,973				1	-0,920
					1					1

À partir de cette étude de sensibilité, on peut conclure que la dépendance linéaire entre certains paramètres peut affecter leurs estimations et que les deux variables séparément ne détiennent pas suffisamment d'informations pour estimer correctement les cinq paramètres. Ainsi, il est nécessaire de tenir compte des deux variables dans le calcul de la fonction « objectif ».

Plusieurs estimations ont été munies avec différents jeux de paramètres initiaux. Le Tableau IV.12 présente un exemple de résultat d'estimations obtenues pour différents coefficients de pondération. Ces résultats montrent la validité de l'étude. Il est important de mentionner que les valeurs estimées des paramètres p_3 et p_4 se rejoignent et le paramètre p_5 tend vers sa borne inférieure pour un coefficient de pondération de 0,25. Ce qui est justifiable par la faible sensibilité de la température de surface et de la teneur en eau moyenne aux paramètres p_3 et p_5 .

Tableau IV.12 : Paramètres initiaux et estimés «béton cellulaire».

Paramètres	Initiaux	$\alpha = 1$	$\alpha = 0,75$	$\alpha = 0,5$	$\alpha = 0,25$
p_1	-5	-11,751	-11,722	-11,665	-11,554
p_2	-2	-0,260	-0,264	-0,275	-0,296
p_3	1	0,240	0,236	0,230	0,219
p_4	-4	-0,760	-0,508	-0,634	-0,219
p_5	3	0,519	0,272	0,403	10^{-3}
S (T)	587,4	73,7	71,4	68,0	62,3
S (W)	4574,8	7,7	8,0	10,2	20,8
S moyenne		40,7	39,7	39,1	41,5
N° itérations	-	38	32	44	34

En outre, nous avons mis en évidence la complémentarité des contributions de la température de surface et de la teneur en eau dans la minimisation de la fonction « objectif ». Il est clairement démontré que l'ensemble des paramètres estimés obtenus avec un coefficient de pondération de 0,5 présente le plus faible écart quadratique entre les cinétiques expérimentales et simulées.

La Figure IV.22 présente une comparaison entre les cinétiques expérimentales et simulées obtenues avec le coefficient de pondération de 0,5. Nous remarquons que la teneur en eau expérimentale est correctement présentée par le modèle numérique avec une erreur moyenne de $0,001 \text{ kg.kg}^{-1}$. Nous observons également une distinction entre les températures de surface mesurées et simulées, particulièrement durant la phase isenthalpe, pour laquelle un écart de 1 à 2°C est enregistré. Après cette période, les valeurs de la température simulée et expérimentales se rejoignent durant la montée en température puis elles se séparent à nouveau lors de l'état d'équilibre où la courbe simulée passe légèrement au dessus de l'expérimentale. Ce phénomène peut être causé par une probable surestimation du coefficient de diffusion en phase vapeur.

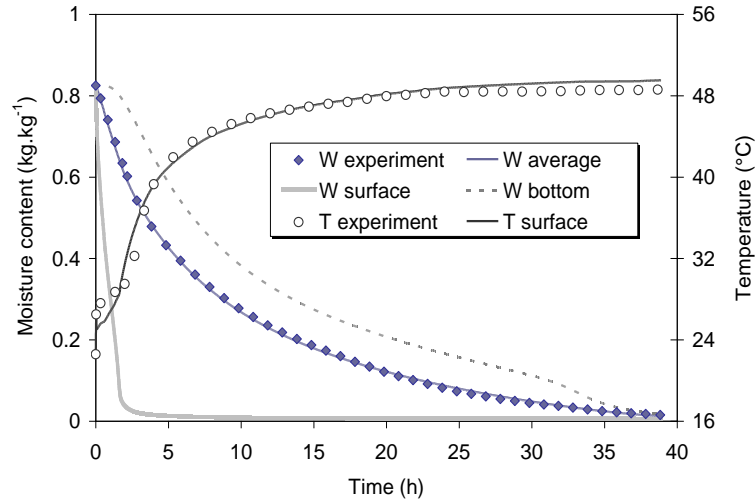


Figure IV.22 : Confrontation des cinétiques de séchage expérimentale et simulée du béton cellulaire ($\alpha=0,5$).

Par ailleurs, pour réduire les temps de calcul, nous allons estimer trois paramètres au lieu de cinq, en remplaçant l'équation IV.18 à trois inconnus par l'équation IV.26 à un inconnu :

$$\mu f = p_3(1 - W_{eq}^2) \quad (IV.26)$$

En utilisant des valeurs initiales de p_1 , p_2 et p_3 identiques aux valeurs précédentes, le résultat de l'estimation pour différents α sont très proches de ceux de l'estimation précédente.

Tableau IV.13 : Paramètres initiaux est estimés «béton cellulaire»

Paramètres	Initiaux	$\alpha = 1$	$\alpha = 0,75$	$\alpha = 0,5$
p_1	-5	-11,750	-11,644	-11,662
p_2	-2	-0,260	-0,289	-0,276
p_3	0,8	0,241	0,243	0,231
S (T)	577,2	73,7	71,4	68,0
S (W)	3897,9	7,7	8,0	10,3
S moyenne		40,7	39,7	39,1
N itérations		31	37	35

Nous avons réussi, à travers cette série d'estimation de réduire le nombre d'itérations et le temps de calcul et d'assurer plus de stabilité dans la solution.

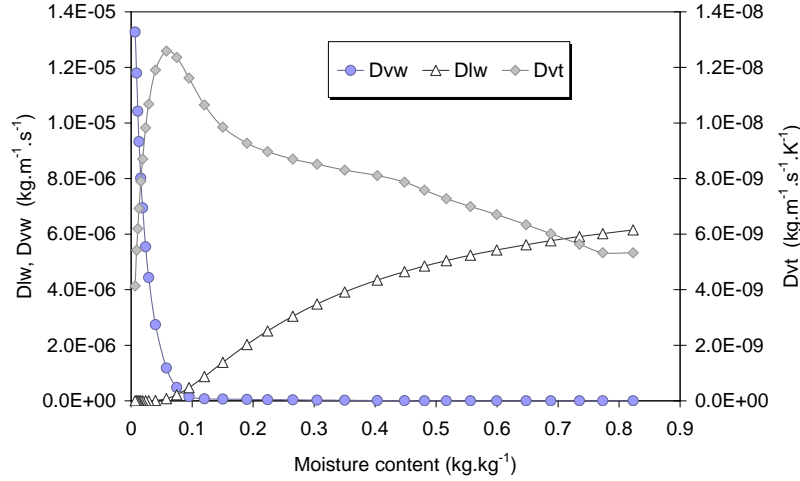


Figure IV.23 : L'évolution des coefficients de diffusion estimés du béton cellulaire.

Les évolutions des coefficients de diffusion du béton cellulaire en fonction de la teneur en humidité sont présentées par la Figure IV.23. Nous constatons que le coefficient de diffusion en phase liquide est dominant jusqu'à une teneur en eau de $0,1 \text{ kg.kg}^{-1}$ puis le coefficient D_v^w prend la relève pour atteindre une valeur maximale de $1,3 \cdot 10^{-5} \text{ kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$ à des teneurs en eau proches de 0.

IV.4.2.2.3 Etude de l'impact des autres paramètres

Les propriétés physiques et les conditions aérauliques introduites dans le code de calcul sont en grande partie mesurées expérimentalement ou encore trouvées dans la littérature. Souvent, ces paramètres ont un degré d'incertitude important pouvant avoir un impact considérable sur l'exactitude des prédictions des variables de sortie. De ce fait, il est important d'étudier la réponse du modèle aux variations de ces paramètres à travers une analyse de sensibilité. Trois principaux facteurs sont évalués :

- L'amplitude des variables de sorties
- La durée de chacune des phases de séchage
- les valeurs des variables de sortie en équilibre hygroscopique

Nous avons donc fait varier chaque paramètre de 10% de sa valeur de référence à l'exception des conditions aérauliques de l'air (température, humidité relative). L'erreur appliquée à l'humidité est $\pm 5\%$ et $\pm 1^\circ\text{C}$ sur la température d'air. La variation engendrée par chaque paramètre au niveau d'une sortie est évaluée par le calcul de l'indice de sensibilité IS exprimé ainsi :

$$IS = \frac{\frac{S - S_{ref}}{S_{ref}}}{\frac{E - E_{ref}}{E_{ref}}} \quad (IV.27)$$

où E est le paramètre d'entrée et S la réponse du modèle.

Cette étude est appliquée au cas de séchage convectif du béton cellulaire dont les conditions d'expérimentation sont données dans le Tableau IV.14.

Tableau IV.14 : Conditions aérothermiques et initiales des simulations numériques.

Conditions aérothermiques	$T_{\text{air}} (^{\circ}\text{C})$	50
	$H_r (\%)$	13
	$h_c (\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1})$	30
Conditions initiales	$T (^{\circ}\text{C})$	22
	$W (\text{kg.kg}^{-1})$	0,82
$\rho_s (\text{kg.m}^{-3})$		450
$e (\text{m})$		0,025

L'impact engendré par les variations des propriétés physiques est évalué sur la température de surface et sur la teneur en eau moyenne.

➤ Température de surface

Sur la Figure IV.24 sont présentées les évolutions au cours du temps des écarts des températures de surface engendrée par l'augmentation de 10% des propriétés physiques et de 5% et 1°C de l'humidité et de la température d'air respectivement.

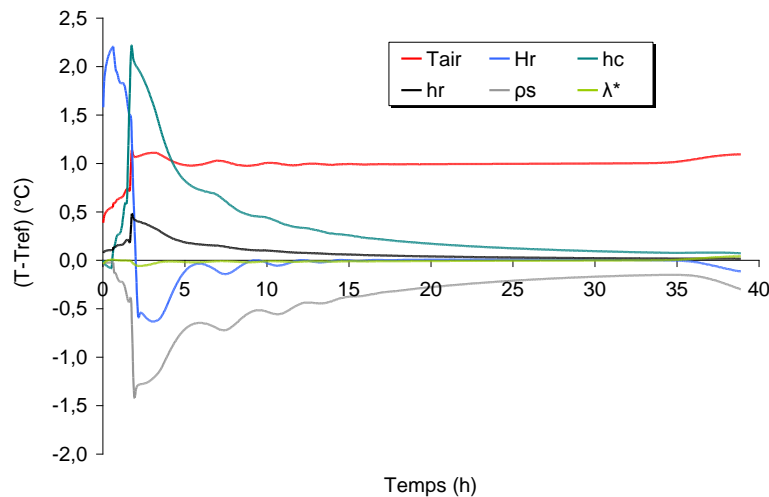


Figure IV.24 : Sensibilité de la température de surface aux variations des conditions de séchage et des propriétés physiques du matériau.

Durant le séchage, en modifiant les entrées du modèle, plusieurs d'entre elles produisent des variations non négligeables de la température de surface durant le séchage à vitesse constante. On remarque qu'une augmentation de 5% de l'humidité produit une augmentation de 8% de température de surface (soit 2,2°C). Ceci correspond à un indice de sensibilité de 0,3. Une variation de 1°C de la température de surface engendre une augmentation d'environ 0,5°C de la température de surface (indice de sensibilité de 1). La variation de la température de surface est inversement proportionnelle à la variation de coefficient de transfert convectif avec un indice de sensibilité relativement faible (-0,06). L'augmentation du coefficient de rayonnement (émissivité) de 10% fait augmenter la température de surface de 0,1°C.

On remarque que la conductivité thermique et la masse volumique apparente sèche du matériau ont un très faible impact sur la température de surface durant la phase de séchage à vitesse constante.

La durée de la phase isenthalpe n'est influencée que par les trois facteurs : l'humidité de l'air, le coefficient de transfert par convection et la masse volumique apparente du matériau sec. Le plus grand impact est enregistré avec h_c . La durée de la phase isenthalpe diminue de 20% de la durée de référence pour une augmentation de 10% de h_c (indice de sensibilité de -2,5), suivi de l'humidité de l'air et de la masse volumique qui ont pratiquement un impact de même ordre de grandeur avec un indice de sensibilité de 1.

Durant la première phase de ralentissement, les erreurs sur la température de surface due aux variations des paramètres d'entrée augmentent progressivement pour atteindre leurs maximums vers la fin de cette période. La plus grande erreur est enregistrée avec la température d'air avec un indice de sensibilité d'environ 1,6. Toute augmentation de l'humidité relative fait diminuer la température de surface durant la première période de ralentissement avec un indice de sensibilité de -0,25 environ. L'impact de la masse volumique va dans le même sens que l'humidité relative avec un indice de sensibilité plus important (-0,75).

Durant la seconde période de ralentissement, une diminution progressive de l'erreur relative sur la température est enregistrée. Au cours de la mise en équilibre hygroscopique, la variation des paramètres indiquée n'a pas un impact sur la valeur de la température d'équilibre en surface du matériau sauf la température de l'air qui donne un indice de sensibilité d'environ 0,9.

➤ **Teneur en eau moyenne**

Les évolutions avec le temps des écarts des teneurs en eau moyenne dus aux augmentations des paramètres d'entrée sont présentées sur la Figure IV.25.

On remarque que l'humidité de l'air, le coefficient de transfert par convection et la masse volumique apparente sec sont les paramètres les plus influents tout au long du séchage avec des maximums enregistrés au cours des phases de ralentissement. Toute surévaluation de ces paramètres induit des erreurs importantes dans la simulation de la teneur sur toute la durée de séchage.

Une augmentation de 10% de la masse volumique sèche engendre un écart important de la teneur en eau qui évolue au cours du séchage pour atteindre son maximum durant la deuxième phase de ralentissement (soit 0,022 kg.kg⁻¹) et se stabiliser aux alentours de cette valeur par la suite. L'augmentation de 5% de l'humidité de l'air implique un séchage moins rapide du matériau et donc un écart important entre les deux teneurs d'eau tout au long des phases de séchage avec un maximum de 0,018 kg.kg⁻¹. La température de surface a un effet inverse sur la teneur en eau, en l'augmentant, le matériau sèche plus vite et la teneur en eau chute plus rapidement que la référence. L'effet du coefficient de transfert par convection est beaucoup plus marquant au cours des premières phases de séchage avec un maximum d'environ 0,013 kg.kg⁻¹ enregistré au cours de la première phase de ralentissement. Les sensibilités enregistrées avec le coefficient de transfert par rayonnement et la conductivité thermique restent les moins importantes, elles n'excèdent pas 0,002 kg.kg⁻¹ pour les deux paramètres.

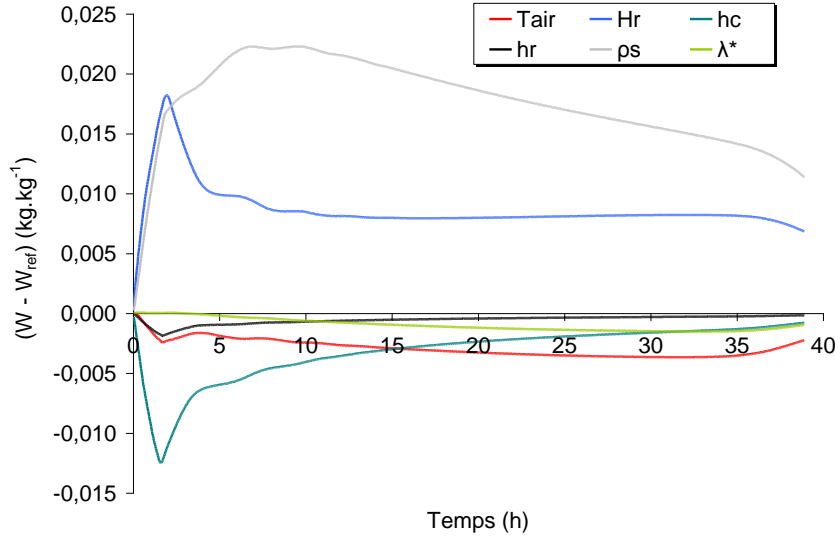


Figure IV.25 : Sensibilité de la teneur en eau aux variations des conditions de séchage et des propriétés physiques du matériau.

Cette étude de sensibilité nous a permis de mettre en avant l'importance de bien évaluer le coefficient de transfert par convection, la masse volumique sèche et les conditions aérothermiques du séchage afin de s'assurer de l'exactitude des réponses simulées.

IV.5 Conclusion

Différents tests ont été réalisés afin de discerner les formes des coefficients du transfert hydrique les plus adéquates pour simuler les cinétiques de séchage du béton cellulaire. Les premiers tests avaient pour but de valider l'estimation des coefficients D_v^w et D_l^w en leur attribuant des équations empiriques de forme exponentielle à quatre inconnus. L'unicité de la solution a été vérifiée en testant différents jeux de paramètres initiaux. Quand un bruit aléatoire est superposé aux données numériques, la méthode montre la possibilité d'estimer correctement les paramètres du coefficient D_l^w , tandis qu'un des paramètres du coefficient D_v^w est estimé avec une incertitude importante allant de 6 à 20% de la solution exacte. La méthode d'identification montre rapidement ses limites quand elle testée avec des données réelles, le paramètre p_4 du coefficient D_v^w tend vers sa borne inférieure sans pour autant pénaliser la conformité de la cinétique simulée à l'expérimentale.

Une autre approche a été testée avec succès afin de déterminer les coefficients D_l^w , D_v^w et D_v^T simultanément. La forme empirique du D_l^w a été gardée, quant aux coefficients D_v^w et D_v^T , deux grandeurs difficilement mesurables sont estimés : le facteur de tortuosité et la perméabilité à la phase vapeur. Nous avons montré à travers l'étude, qu'il est possible d'estimer simultanément les deux paramètres décrivant la dépendance de D_l^w de la teneur en eau et le paramètre relatif à la diffusion en phase vapeur.

CHAPITRE 5 :

MODELISATION DU COMPORTEMENT THERMOHYDRIQUE DES MATERIAUX CHANVRE/CHAUX AU COURS DE SECHAGE

V. Modélisation du comportement thermohydrique des matériaux chanvre/chaux au cours du séchage

Les études du chapitre 3 ont montré que les cinétiques de séchage du liant et des mélanges chanvre/chaux sont fonction de différents paramètres : l'âge et l'épaisseur des éprouvettes et les conditions aérothermiques. On a également vu que la cinétique réactionnelle du liant utilisée induit un dégagement de chaleur et une consommation d'eau relativement faible.

Le modèle numérique et la méthode d'estimation par technique inverse développés dans le chapitre IV sont donc maintenant appliqués afin de prédire numériquement les cinétiques de séchage.

V.1 Etudes du liant

Les isothermes de désorption déterminées expérimentalement par la méthode des solutions salines et la méthode DVS sont similaires du moment où la teneur en eau est calculée à partir de la masse sèche de la fin de désorption.

De ce fait, nous proposons d'étudier la réponse du modèle à la courbe de désorption d'un matériau ré-humidifié (solutions salines) dans deux cas :

- Teneurs en eau calculées à partir de la masse sèche initiale (Figure V.1, courbe (1)).
- Teneur en eau calculées à partir de la masse sèche en fin de désorption (Figure V.1, courbe (2)).

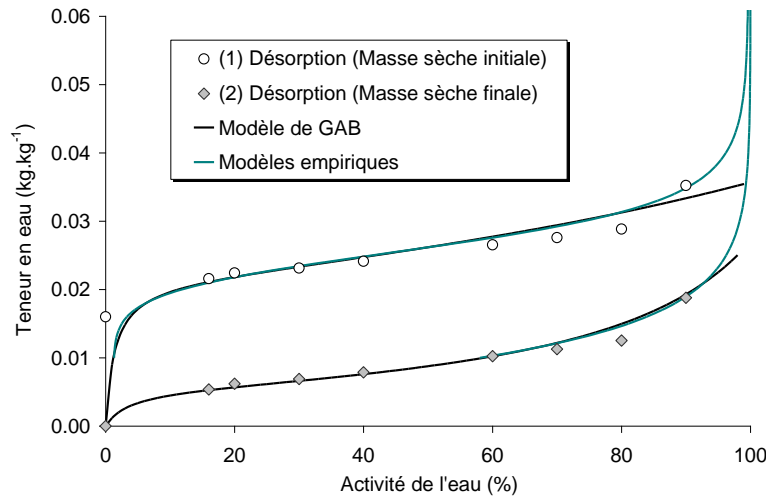


Figure V.1 : Courbes de désorption du liant Tradical® PF80.

Les courbes précédentes sont ajustées par des modèles empiriques dont les expressions sont données par les équations respectives (V.1) et (V.2).

$$a_w = 0,01270396 + \frac{0,98457246}{\left(1 + \frac{W}{0,02624409}\right)^{(-7,8000494)}} \quad (V.1)$$

$$a_w = 1 + \frac{1}{(b-a)} (a \exp(-b(W-c)) - b \exp(-a(W-c))) \quad (V.2)$$

$$a = 161,3816572$$

Les valeurs des paramètres a , b , c de l'équation (V.2) sont : $b = 587,4751419$

$$c = 0,0027058$$

Les autres propriétés physiques introduites dans le modèle sont rassemblées dans le Tableau V.1.

Tableau V.1 : Propriétés physiques du liant.

ε (-)	λ^* (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	Cp _s (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	Emissivité
0,48	0,25	925	0,90

Les expressions du coefficient de transfert en phase liquide D_l^w et du facteur de perméabilité à la vapeur μf retenues pour l'étude sont les suivantes :

$$D_L^w = \exp\left(p_1 + \frac{p_2}{W}\right) \quad (V.3)$$

$$\mu f = p_3(1 - W_{eq}^2) \quad (V.4)$$

Le Tableau V.2 donne le récapitulatif des essais exploités (voir Chapitre 3). La condition à l'interface produit / creuset est de type température imposée. Cette dernière est prise égale à la température mesurée lors des expérimentations.

Tableau V.2 : Conditions aérothermiques et initiales des simulations.

Essais		1	2	5	6	7
Conditions aérothermiques	T _{air} moyenne (°C)	29,3	29,4	29,2	29,5	29,5
	Hr moyenne (%)	16,4	13,9	34,9	33,9	12,8
	V _{air} (m.s ⁻¹)	2,6	2,6	2,0	1,1	2,6
Conditions initiales	T (°C)	14,3	18,8	20,01	21,5	15,9
	W (kg.kg ⁻¹)	0,373	0,335	0,322	0,335	0,329
ρ_s (kg.m ⁻³)		1236,5	1270,0	1273,2	1282,8	1270,0
e (m)		0,0253	0,0250	0,0252	0,0250	0,0250
Age des matériaux (h)		0	24	48	48	40

Les critères de précision sont de 10⁻⁴ kg.kg⁻¹ sur la teneur en eau et 10⁻³°C sur la température. Différentes simulations ont montré qu'une discrétisation spatiale supérieure à 50 volumes élémentaires et un pas de temps de 0,5 s permet d'assurer la stabilité des calculs.

V.1.1 Etude d'un matériau séché 48 h après la mise en œuvre

Une première estimation des trois paramètres p_1 , p_2 et p_3 est réalisée dans les conditions de l'essai 5. Il s'agit d'un séchage effectué 48 heures après la mise en œuvre du produit à une vitesse et une température d'air de 2 m.s⁻¹ et de 29,2°C. Deux études sont menées afin d'étudier l'influence du modèle représentatif de l'isotherme de désorption et de la durée des

expérimentations sur l'estimation des paramètres.

V.1.1.1 Exploitation du modèle (1) de l'isotherme de désorption

▪ Estimation sur la durée totale de l'expérimentation

Dans une première phase, les données sur la totalité de l'expérimentation (92 heures) sont exploitées. Les résultats obtenus sont reportés sur le *Tableau V.3*.

Tableau V.3 : Paramètres initiaux et estimés du liant.

Paramètres	Initiaux	$\alpha = 1$	$\alpha = 0,75$	$\alpha = 0,5$	$\alpha = 0,25$
p_1	-5	-9,232	-10,06	-10,646	-10,996
p_2	-2	-0,341	-0,237	-0,169	-0,136
p_3	0,8	0,136	0,096	0,059	0,048
S (T)	318,7	270,4	243,9	220,3	200,2
S (W)	5145,9	6,8	10,6	24,9	60,4
S moyenne	2732,3	138,6	127,3	122,6	130,3
Itérations		30	35	31	56

Les jeux de paramètres estimés sont variables suivant le poids qu'on donne à chacune des variables dans le calcul de la fonction objectif. La valeur optimale de cette grandeur est obtenue pour un coefficient de pondération de 0,5. Cependant les paramètres estimés pour les coefficients de pondération de 0,75 et 0,25 donnent également une minimisation satisfaisante de la fonction « objectif ».

Sur la Figure V.2 et la Figure V.3, sont reportées les évolutions des paramètres estimés et des fonctions « objectif » au cours des itérations pour un coefficient de pondération de 0,5. On montre à travers ces courbes la dominance de la teneur en eau moyenne dans la minimisation de la fonction « objectif » tout au long de processus itératif. Ceci contribue d'une manière considérable à l'ajustement des paramètres p_1 , p_2 et p_3 (Figure V.2). À partir de la 26^{ème} itération, les trois paramètres commencent à converger pour atteindre la solution finale au bout de la 31^{ème} itération.

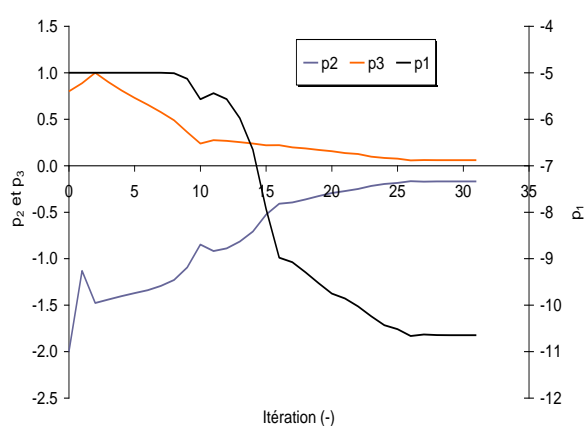


Figure V.2 : Evolution des paramètres pour un coefficient de pondération de 0,5.

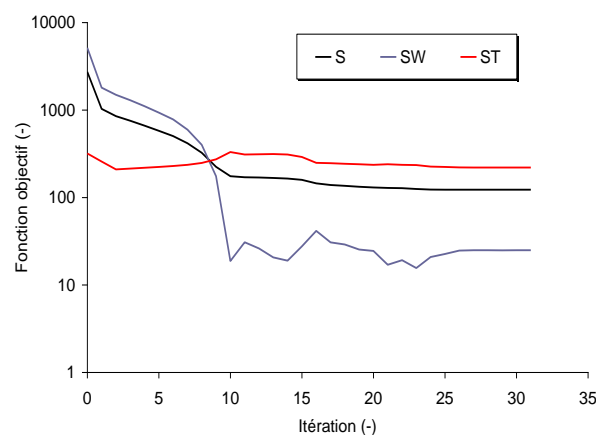


Figure V.3 : Evolution des fonctions « objectif » pour un coefficient de pondération de 0,5.

La Figure V.4 montre une bonne concordance entre les évolutions simulées et expérimentales de la teneur en eau. L'erreur maximale enregistrée durant la première phase de ralentissement n'excède pas $0,02 \text{ kg.kg}^{-1}$. En ce qui concerne la température de surface, les évolutions sont similaires avec un écart d'environ 1°C entre les valeurs mesurées et calculées durant la phase de séchage à vitesse constante et la première phase de ralentissement. L'écart est justifié par l'erreur de mesure du pyromètre aux températures ambiantes et également à une éventuelle évolution de l'émissivité de la surface avec la teneur en eau (voir chapitre 3).

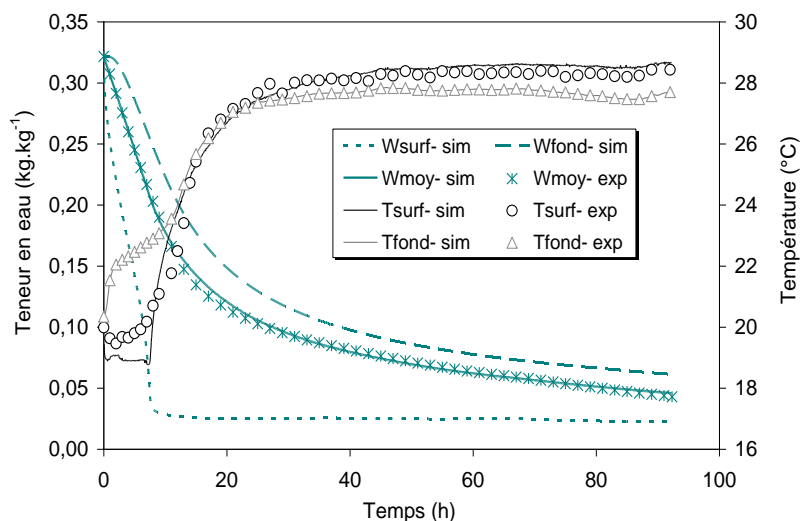


Figure V.4 : Confrontation des cinétiques de séchage simulée et expérimentale
(durée d'estimation : 93 heures, $\alpha=0,5$)

Le tracé des coefficients de transfert hydrique semble montrer que la phase liquide est dominante sur une plage de teneur en eau assez importante ($W > 0,0038 \text{ kg.kg}^{-1}$), ce n'est qu'en dessous de cette valeur que la diffusion de la vapeur prend place. (Figure V.5)

Le coefficient de thermo-migration de la vapeur reste faible comme le montre la Figure V.4 (valeur moyenne de $1,4 \cdot 10^{-9} \text{ kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}.\text{K}^{-1}$) et l'écart entre la température de surface et la température du fond n'excède pas les 4°C . Une étude de sensibilité va montrer par la suite la possibilité de négliger la thermo-migration de la phase vapeur dans ce cas de figure.

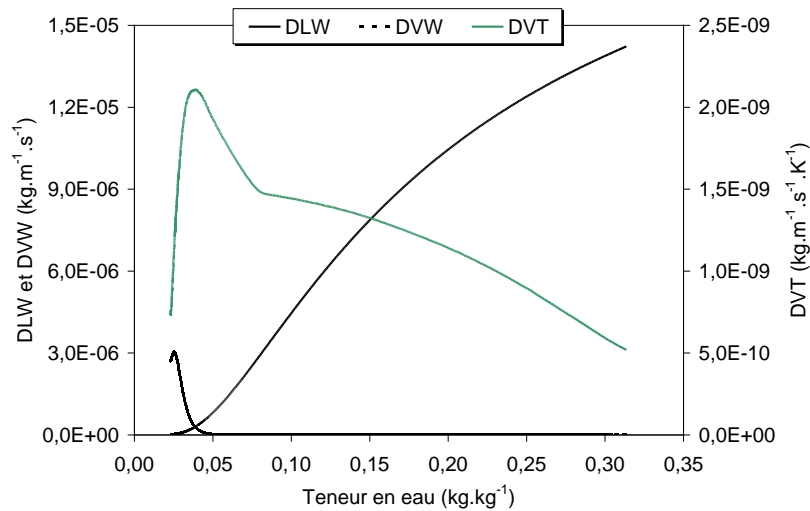


Figure V.5 : Evolution des coefficients de transfert hydrique (durée d'estimation 93 h, $\alpha=0,5$).

▪ Estimation sur des durées plus courtes

Différentes estimations sont réalisées en considérant différentes durées d'expérimentation sur lesquelles la minimisation de la fonction « objectif » est effectuée: 30, 40 et 55 heures.

Le Tableau V.4 présente les résultats obtenus pour un coefficient de pondération de 0,5.

Tableau V.4 : Paramètres initiaux et estimés du liant Tradical® PF80.

Paramètres	Initiaux	30 h	40 h	55 h	93 h
p_1	-5	-9,887	-10,290	-10,721	-10,646
p_2	-2	-0,359	-0,228	-0,153	-0,169
p_3	0,8	0,976	0,200	0,024	0,059
$S(T)$	318,7	180,9	214,1	222,6	220,3
$S(W)$	5145,9	2216,8	159,3	32,0	24,9
$S_{moyenne}$	2732,3	1198,9	186,7	127,3	122,6

Les tracés des cinétiques de séchage simulées (Figure V.6 et Figure V.7) montrent qu'il est nécessaire de disposer de données expérimentales sur une durée suffisamment longue pour obtenir un modèle représentatif du comportement thermo-hydrique du matériau. En effet, nous avons montré que ce n'est que sur une durée supérieure à 55 heures que les informations fournies par la cinétique de séchage expérimentale dans les conditions aérothermiques de l'essai 5 permet d'estimer correctement le coefficient de transfert en phase liquide tandis que la résistance au transfert en phase vapeur, continue à évoluer avec la durée sur laquelle se paramètre est estimé. Ce résultat se confirme en traçant l'évolution en fonction de la teneur en eau des coefficients de transfert hydrique estimés pour chaque durée d'expérimentation (Figure V.8)

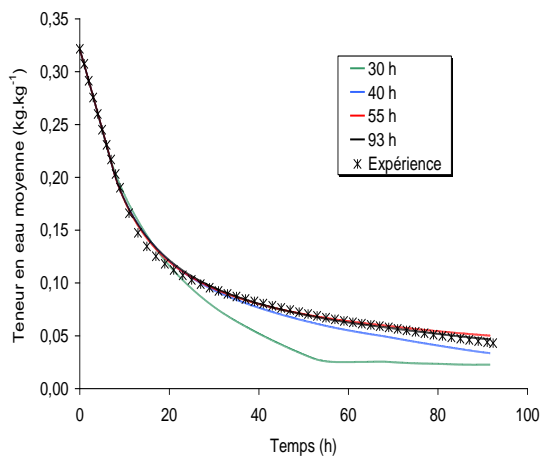


Figure V.6 : Comparaison des teneurs en eau moyennes simulées et expérimentale ($\alpha=0,5$).

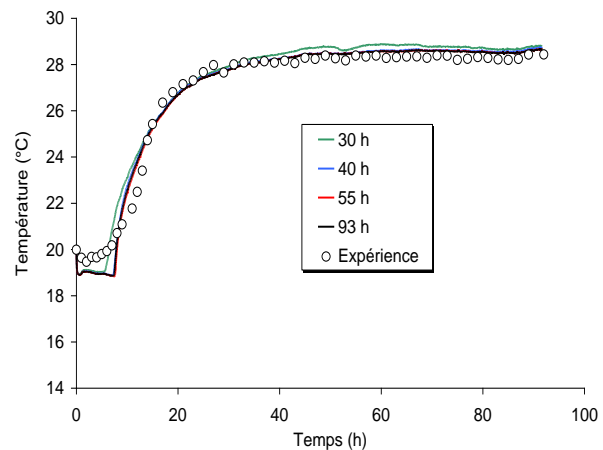


Figure V.7 : Comparaison des températures de surface simulées et expérimentale ($\alpha=0,5$).

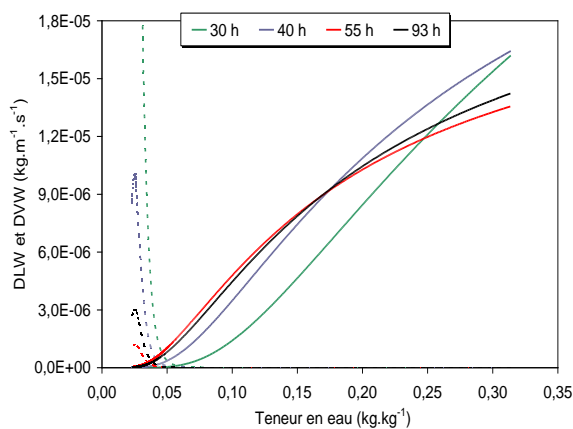
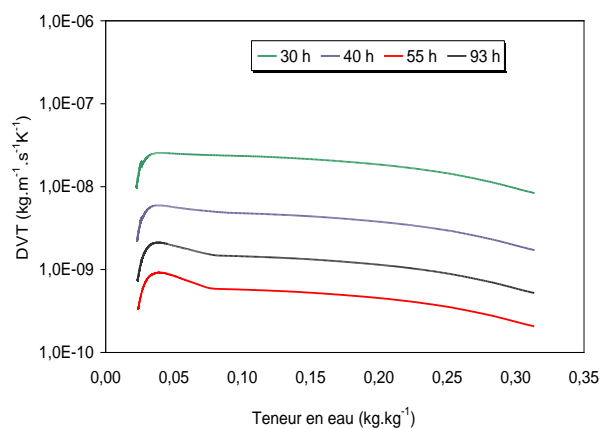


Figure V.8 : Evolution des coefficients de transfert hydrique estimés sur différentes durées de simulation ($\alpha=0,5$).



V.1.1.2 Exploitation du modèle (2) de l'isotherme de désorption

Un nouveau test a été réalisé avec l'expression empirique de la seconde courbe de désorption afin de détecter l'impact de celle-ci sur les paramètres estimés. Le Tableau V.5 donne les valeurs obtenues avec un coefficient de pondération de 0,5.

Tableau V.5 : Paramètres initiaux et estimés du liant (courbe d'activité (2)).

Paramètres	p_1	p_2	p_3	S (T)	S (W)	S moyenne	Nb. d'itérations
Initiaux	-5	-2	0,8	286,2	4208,6	2247,4	-
Estimés	-10,595	-0,176	0,044	222,9	22,4	122,7	28

La confrontation des cinétiques de séchage simulée et expérimentale sur la figure V.9 est comparable aux résultats obtenus précédemment (Figure V.4). Une très bonne concordance est enregistrée entre les teneurs en eau moyennes simulée et expérimentale et un écart d'environ 1°C entre les températures de surface simulée et expérimentale durant la phase de séchage à vitesse constante et la première phase de ralentissement. Cependant, l'effet de l'isotherme de désorption est constaté au niveau des teneurs en eau à l'équilibre, en effet on remarque que la teneur en eau de surface se stabilise à une valeur plus basse que celle de la

précédente simulation, soit $0,008 \text{ kg.kg}^{-1}$. Etant donné que l'équilibre n'est pas atteint lors de l'expérimentation, la validation d'un scénario ou de l'autre n'est pas possible.

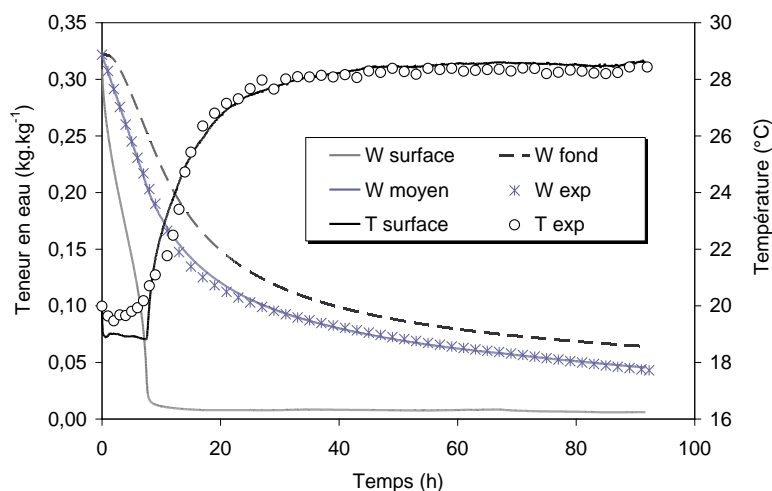


Figure V.9 : Confrontation des cinétiques de séchage expérimentale et simulée (Activité MSF, temps d'estimation de 93 h)

La comparaison des coefficients de transfert hydrique obtenus avec les deux modèles d'activité pour un même coefficient de pondération montre que les coefficients D_l^w sont pratiquement superposés tandis que l'intersection entre les coefficients D_l^w et D_l^w s'est déplacée à une teneur en eau inférieure ($0,025 \text{ kg.kg}^{-1}$), ce qui signifie que le transfert en phase vapeur est encore plus faible quand la seconde courbe de désorption est utilisée.

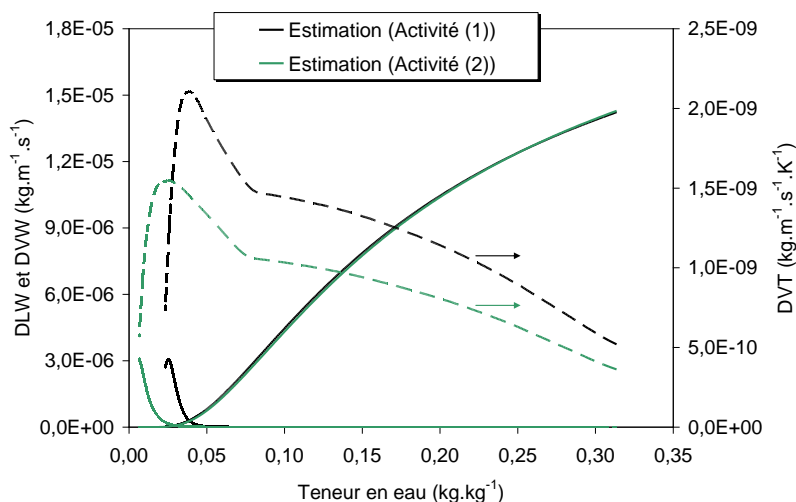


Figure V.10 : Comparaison des coefficients de transfert hydrique estimés avec les deux modèles d'activité.

V.1.1.3 Validation des paramètres estimés

Afin d'évaluer la pertinence des paramètres estimés, des simulations sont réalisées pour des conditions de séchage différentes.

▪ Matériaux séchés après 48 h

Les deux jeux de paramètres précédemment estimés sont utilisés dans les conditions expérimentales de l'essai 6 (Tableau V.3 et Tableau V.5 : $\alpha=0,5$). La Figure V.11 montre que les deux simulations sont identiques. On constate également une bonne reproduction numérique des courbes expérimentales avec uniquement un écart de l'ordre de 2°C entre les températures de surface mesurée et calculée durant la phase isenthalpe. On admet que les deux courbes de désorption et les coefficients de diffusions qui leur correspondent sont adaptés pour prédire correctement les cinétiques du séchage du liant après 48 heures de sa mise en œuvre pour différentes vitesses de séchage.

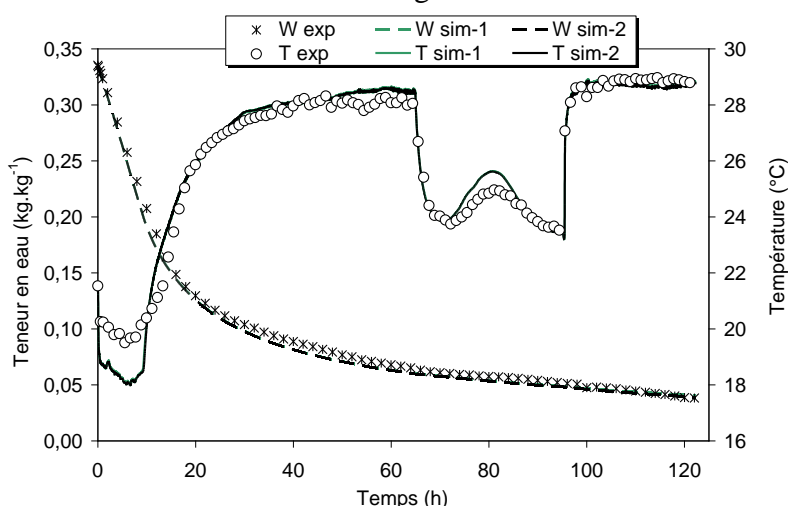


Figure V.11 : Comparaison des cinétiques de séchage simulée et expérimentale (essai 6 : $V_{air}=1\text{ m.s}^{-1}$).

Dans la suite de ce travail, seules les simulations effectuées avec la première courbe de désorption sont présentées car, comme nous avons pu le constater, les deux isothermes de désorption donnent des évolutions similaires de la température de surface et de la teneur en eau moyenne.

■ Matériaux de moins de 48 h

Il s'agit de l'essai 1 pour lequel le séchage a été réalisé juste après la mise en œuvre à une température et une vitesse d'air de $29,3^{\circ}\text{C}$ et $2,6\text{ m.s}^{-1}$. La confrontation de la simulation à l'expérience sur la Figure V.12 montre une divergence des courbes de teneur en eau au bout des 6 premières heures de séchage. Ce qui correspond au début de la première phase de ralentissement qui est en partie dépendante de l'acheminement de l'eau à travers le réseau poreux. L'écart maximum atteint entre les deux évolutions au cours de cette phase est d'environ $0,07\text{ kg.kg}^{-1}$. On observe par contre une évolution de la température de surface calculée proche de l'expérience.

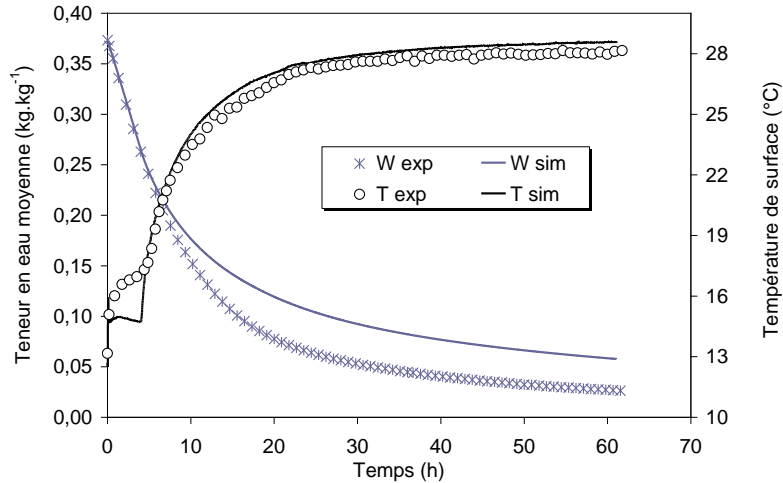


Figure V.12 : Comparaison des cinétiques de séchage simulée et expérimentale (essai 1 : 0 h, $2,6 \text{ m.s}^{-1}$).

Le modèle est maintenant appliqué aux essais 2 et 7, effectués dans des conditions aérothermiques similaires ($2,6 \text{ m.s}^{-1}$ et 30°C) et à l'issue desquels une découpe des éprouvettes avait été réalisée (Chapitre 3). La comparaison présentée sur la Figure V.13 montre également que les coefficients de transfert hydrique précédemment estimés ne sont pas satisfaisants. La confrontation des champs de teneur mesurés et calculés au bout de 6h et 16h de séchage montre qu'on retrouve des profils similaires mais avec des niveaux calculés plus élevés (Figure V.14). Les paramètres du modèle sont donc ré-estimés.

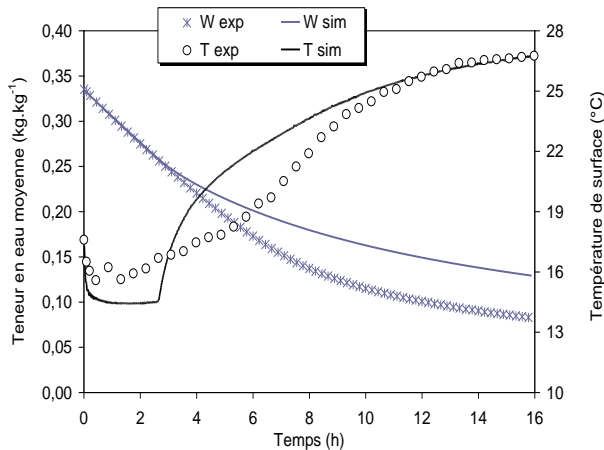


Figure V.13 : Comparaison des températures de surface simulées et expérimentale (essai 2 : 24 h, $2,6 \text{ m.s}^{-1}$).

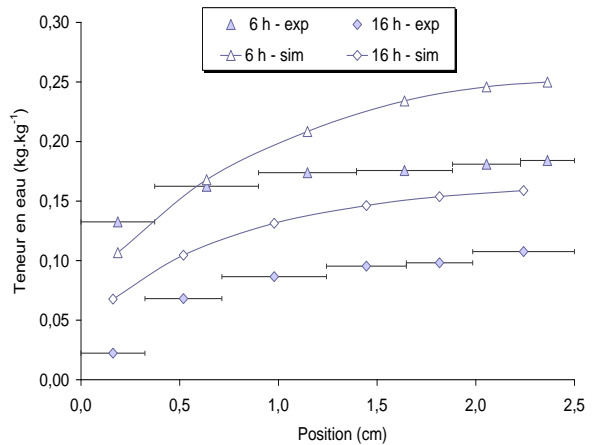


Figure V.14 : Profils des teneurs en eau simulées et expérimentales au bout de 6 et 16 heures de séchage (essai 2 et 7: 24h, $2,6 \text{ m.s}^{-1}$)

V.1.1.4 Estimation des paramètres pour un matériau de moins de 48 h

Le résultat de l'estimation des trois paramètres dans les conditions aérothermiques de l'essai 1 est présenté dans le tableau suivant :

Tableau V.6 : Paramètres initiaux et estimés du liant Tradical®PF80 (essai 1)

Paramètres	$p1$	$p2$	$p3$	S (T)	S (W)	S moyenne	Nb. d'itérations
Initiaux	-5,000	-2,000	0,800	8262,3	592,1	4427,2	-
Estimés	-10,552	-0,146	0,260	169,5	135,6	153,1	30

La confrontation des cinétiques de séchage sur la Figure V.15 montre la concordance des teneurs en eau moyenne et des températures de surface simulées avec l'expérience. En effet les deux teneurs en eau ont des évolutions similaires durant la phase de séchage à vitesse constante, une partie de la phase de ralentissement puis les deux courbes se séparent durant environ 40 heures avec un écart maximum de $0,025 \text{ kg.kg}^{-1}$. Par ailleurs les courbes de teneurs en eau se superposent à nouveau durant la phase de mise en équilibre.

Sur la Figure V.16 sont comparés les coefficients de transfert hydrique estimés à ceux identifiés précédemment avec la même courbe de désorption (1) et le même coefficient de pondération. On peut ainsi considérer que les coefficients de transfert hydrique des liants sont compris entre les deux courbes suivant l'âge et l'état d'hydratation des matériaux.

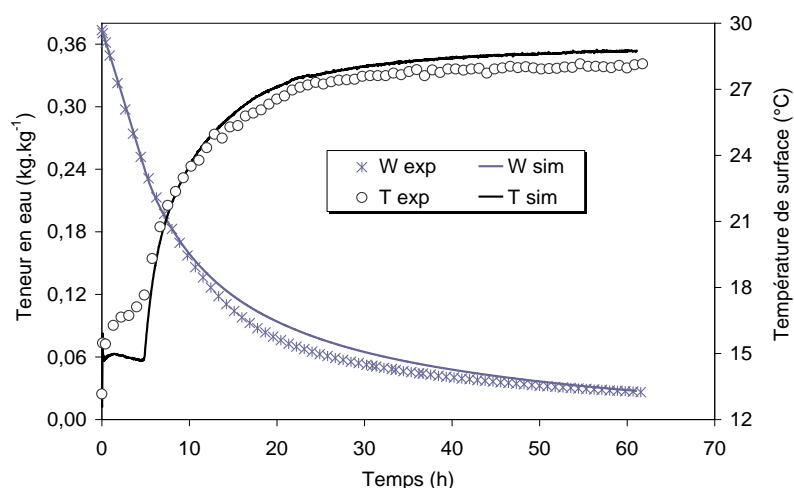


Figure V.15 : confrontation des cinétiques de séchage simulées et expérimentale (essai 1)

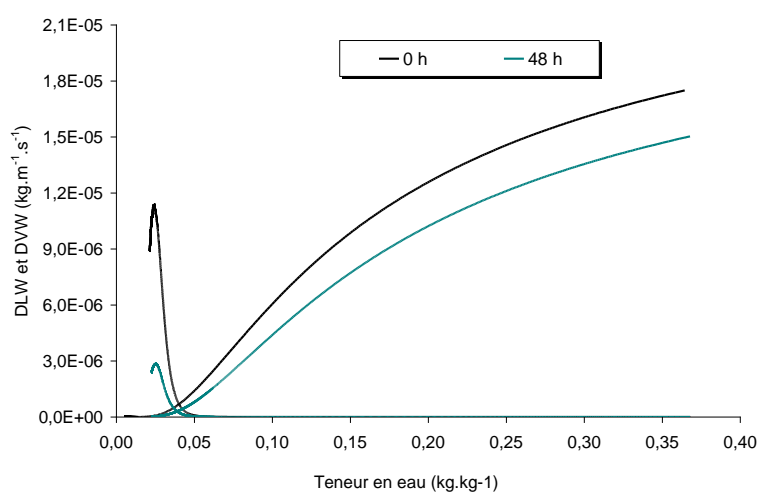


Figure V.16 : comparaison des coefficients de transfert hydrique estimés – matériaux séchés après la mise en œuvre et après 48h.

■ Matériaux de moins de 48 h

En utilisant le nouveau jeu de paramètres, des simulations sont réalisées dans les conditions aérothermiques de l'essai 2 et 7. Dans ce cas, les cinétiques obtenues sont plus proches de l'expérience, Figure V.17. L'examen des profils simulés des teneurs en eau au bout de 6 heures et de 25 h de séchage (Figure V.18) montre qu'on aboutit à des résultats satisfaisants compte tenu des incertitudes expérimentales liées à la découpe et la pesée des échantillons. A cœur du matériau les teneurs en eau calculées sont au dessus de l'expérience cette tendance s'inverse pour la surface.

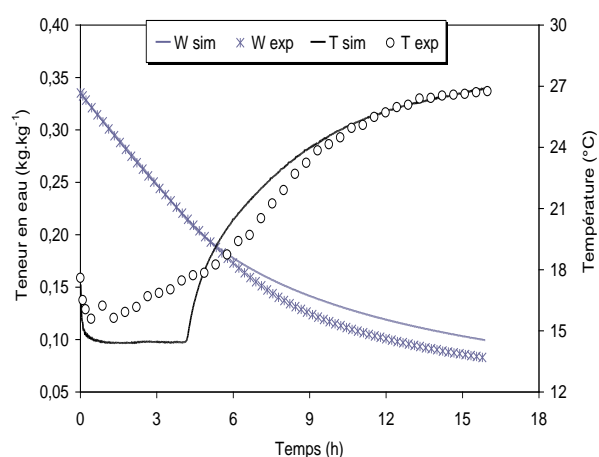


Figure V.17 : confrontation des cinétiques de séchage simulées et expérimentale (essai 2 : 24h, $2,6 \text{ m.s}^{-1}$)

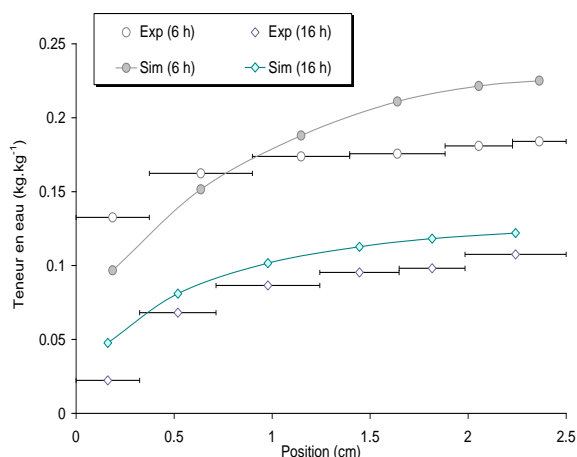


Figure V.18 : profil des teneurs en eau simulées et expérimentale au bout de 6 et 16 heures de séchage (essai 2 et 7)

V.2 Etude des mélanges chanvre / liant

La méthode d'estimation est maintenant appliquée au mélange chanvre / liant. Le Tableau V.7 rassemble les conditions initiales et aérothermiques des essais expérimentaux exploités pour l'estimation des paramètres et l'étude de sensibilité.

Tableau V.7 : Conditions aérothermiques et initiales des simulations (mélange chanvre/liant)

Essais		1	2	3	4	5	6	7
Conditions aérothermiques	T _{air} moyenne (°C)	29,3	29,4	29,4	29,6	29,6	29,4	29,3
	Hr moyenne (%)	29,0	35,6	32,9	25,4	25,4	26,1	24,7
	V _{air} (m.s ⁻¹)	1,2	1,2	1,2	1,1	1,1	2,0	2,6
Conditions initiales	T (°C)	24,4	19	19,0	20,8	20,7	21,9	22,1
	W (kg.kg ⁻¹)	0,692	0,688	0,664	0,679	0,675	0,693	0,679
ρ _s (kg.m ⁻³)		715,2	701,4	723,4	746,8	688,6	730,0	608,0
e (m)		0,0250	0,0263	0,0255	0,0249	0,0405	0,0250	0,0380
Age (h)		0	0	120	120	48	0	0
Matériau		C.T/C	C.C/C	C.T/C	C.C/C	C.C/C	C.C/C	C.C/C

Les propriétés physiques identifiées dans le chapitre II et qui servent comme paramètres d'entrée du modèle sont rassemblées dans le Tableau V.8.

Tableau V.8 : Propriétés physiques du mélange chanvre/liant Tradical® PF80

Matériau	Porosité (-)	Conductivité thermique équivalente ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	Chaleur spécifique sèche ($\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	Emissivité (-)
C.C/C	0,65	0,15	1035	0,90
C.C/T	0,65	0,18	1067	0,90

Comme nous avons pu le voir sur la Figure II.12 du chapitre 2, les isothermes de désorption des mélanges C.C/C et C.T/C ont la même allure et sont du même ordre de grandeur quand la teneur en eau est calculée à partir de la masse sèche finale. Nous proposons de tester trois isothermes de désorption lors des simulations. Les deux premières sont obtenues pour un matériau stabilisé de type C.C/C, l'une est calculée à partir de la masse sèche initiale et l'autre à partir de la masse sèche de fin de désorption. La troisième est extraite des travaux de Collet (2004) sur le même type de matériau. (Figure V.19)

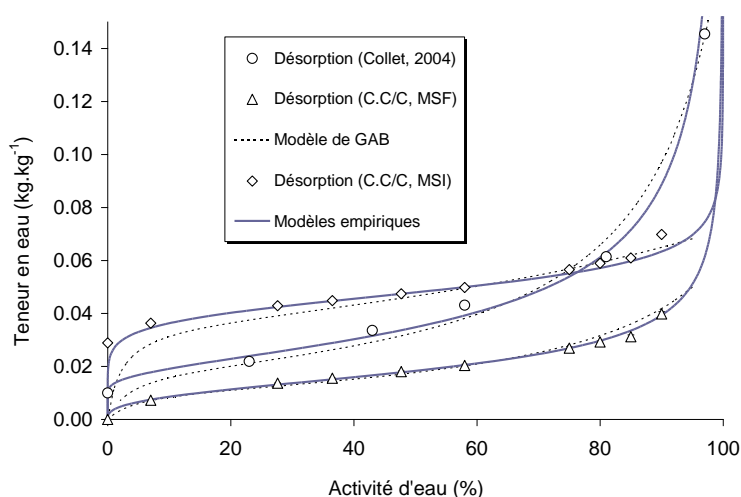


Figure V.19 : Courbes de désorption du mélange chanvre / liant introduites dans le modèle.

Les équations empiriques représentatives des trois isothermes et les valeurs des teneurs en eau hygroscopiques fournies par le modèle de GAB appliqué à chaque courbe sont reportées sur le tableau V.9.

Tableau V.9 : Expressions des isothermes de désorption du mélange chanvre/chaux.

Isotherme de désorption	Modèle empirique	W_{hyg}
(1) : C.C/C MSI	$a_w = \frac{1}{1 + \left(\frac{W}{0,04794} \right)^{(-7,8910)}}$	0,0360
(2) : C.C/C MSF	$a_w = \frac{1}{1 + \left(\frac{W}{0,01834} \right)^{(-2,8764)}}$	0,0110
(3) : C.C/C (Collet, 2004)	$a_w = \exp \left(1,505 \cdot 10^{-3} - \frac{8,402 \cdot 10^{-4}}{W^2} \right)$	0,0188

V.2.1 Etude d'un matériau C.C/C séché 48h après sa mise en œuvre

L'estimation des paramètres est réalisée avec la première courbe de désorption dans les conditions expérimentales de l'essai 5, soit un matériau C.C/C de 4,05 cm d'épaisseur séché 48 h après la mise en œuvre dans les conditions suivantes pour la vitesse et la température de l'air : $1,1 \text{ m.s}^{-1}$ et $29,6^\circ\text{C}$ (Tableau V.7). La température du fond du produit est considérée égale à la température mesurée expérimentalement.

Les résultats des estimations pour un coefficient de pondération de 0,5 sont reportés sur le Tableau V.10.

Tableau V.10 : Paramètres initiaux et estimés du mélange chanvre/liant ($\alpha=0,5$).

Paramètres	$p1$	$p2$	$p3$	S (T)	S (W)	S moyenne	Nb. d'itérations
Initiaux	-5	-2	0,8	819,9	2871,4	1845,7	-
Estimés	-10,652	-0,702	0,415	142,2	28,5	85,2	30

La Figure V.20 présente l'évolution des fonctions « objectif » au cours du processus itératif. Une égalité des contributions de la teneur en eau moyenne et de la température dans la minimisation de la fonction « objectif » est constatée au cours des deux premières itérations. Ce qui permet de réduire considérablement sa valeur moyenne (passant de 1845 à 400). A partir de la 3^{ème} itération, on enregistre une dominance de la contribution de la teneur en eau moyenne accompagnée d'une importante variation des paramètres $p1$, $p2$ (Figure V.21). Au delà de la 25^{ème} itération, les trois paramètres commencent à converger vers la solution.

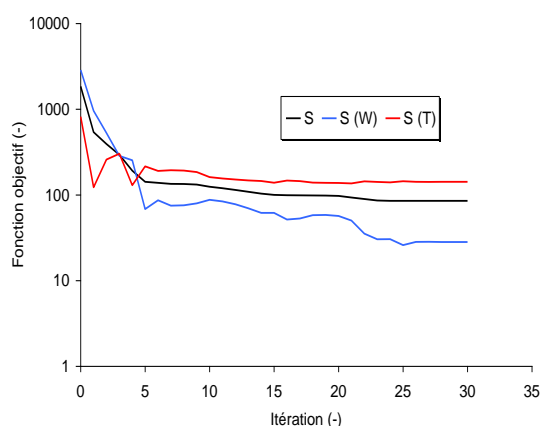


Figure V.20 : Evolution de la fonction « objectif » au cours des itérations ($\alpha=0,5$).

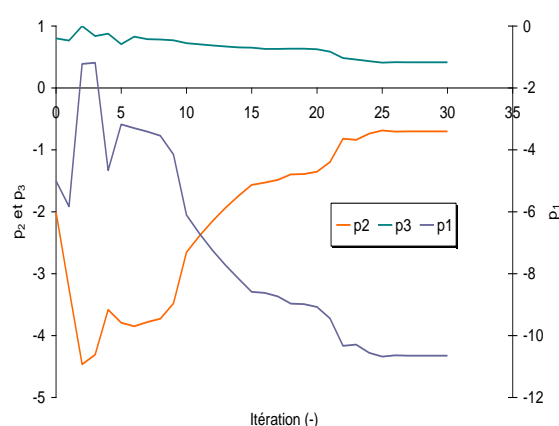


Figure V.21 : Evolution des paramètres estimés au cours des itérations ($\alpha=0,5$).

La Figure V.22 présente une confrontation des réponses expérimentales et simulées. La teneur en eau moyenne est bien reproduite numériquement, l'erreur entre l'expérience et la simulation ne dépasse pas les $0,005 \text{ kg.kg}^{-1}$. On observe également une bonne concordance entre les températures de surface mesurée et simulée au cours de la montée en température et de la mise en équilibre.

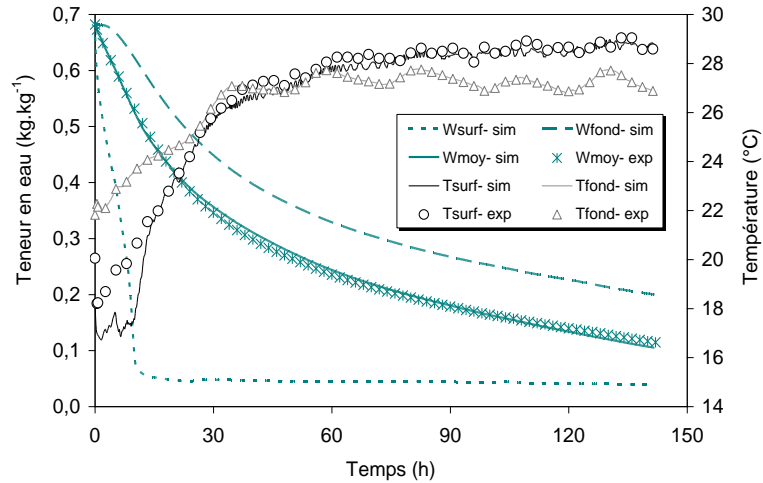


Figure V.22 : Confrontation des cinétiques de séchage expérimentale et simulée (mélange C.C/C).

Le tracé des coefficients de transfert hydrique (Figure V.23) montre l'importance du transfert en phase liquide pour des teneurs en eau supérieures à $0,1 \text{ kg.kg}^{-1}$, ce n'est qu'en dessous de cette valeur que la diffusion en phase vapeur devient prépondérante. Le coefficient de transfert hydrique dû au gradient de température est faible, il est compris entre $1,1 \cdot 10^{-8}$ et $4 \cdot 10^{-9} \text{ kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

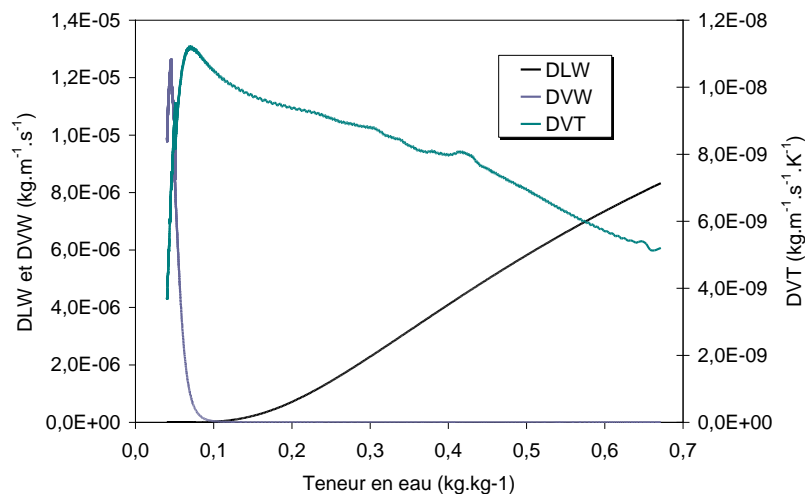


Figure V.23 : Coefficients du transfert hydrique estimés du mélange C.C/C (essai 5).

V.2.2 Influence de l'isotherme de désorption

D'autres estimations sont réalisées dans les conditions expérimentales de l'essai 5 en remplaçant la courbe de désorption (1) par les courbes (2) et (3).

Les résultats avec une pondération de 0,5 sont reportés sur le *Tableau V.11*. On aboutit à des jeux de paramètres très proches et qui diffèrent peu de l'estimation précédente.

Tableau V.11 : Paramètres initiaux et estimés du mélange chanvre / liant (courbe d'activité (2) et (3)).

Paramètres	$p1$	$p2$	$p3$	S (T)	S (W)	S moyenne	Nb. d'itérations
Dés. (2)	-10,710	-0,651	0,407	149,5	29,8	89,6	26
Dés. (3)	-10,700	-0,666	0,402	150,2	25,3	87,7	33

La Figure V.24 montre que les coefficients en phase liquide sont pratiquement invariables d'une estimation à l'autre, contrairement aux coefficients de transfert en phase vapeur dont l'allure change avec l'allure de la dérivée de l'activité par rapport à la teneur en eau. Cette différence des coefficients de transfert en phase vapeur a peu d'influence sur les cinétiques. Des différences pourraient également apparaître au niveau des teneurs en eau d'équilibre, information fournie par la courbe d'activité.

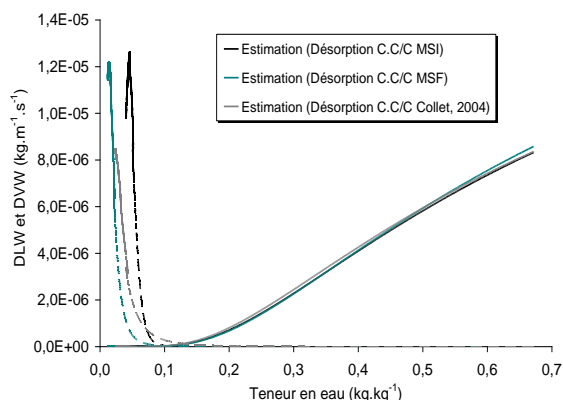


Figure V.24 : Evolution de la fonction objectif au cours des itérations ($\alpha=0,5$.)

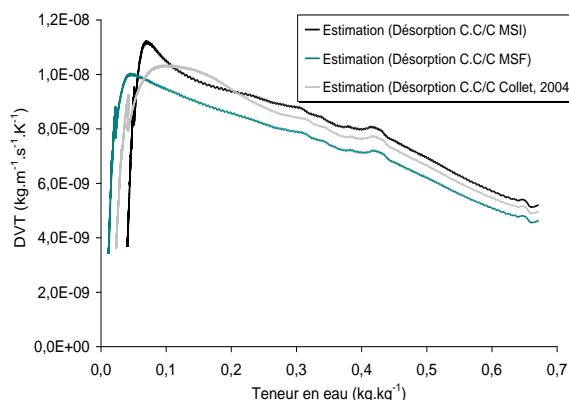


Figure V.25 : Evolution des paramètres estimés au cours des itérations ($\alpha=0,5$).

V.2.3 Application des paramètres estimés à des essais dans des conditions expérimentales différentes

Les confrontations des cinétiques de séchage simulées et expérimentales des matériaux C.C/C (Figure V.26, Figure V.27, Figure V.28 et Figure V.29) montrent que les coefficients de transfert hydrique estimés permettent de décrire correctement l'évolution de la teneur en eau et de la température de surface des matériaux dans les conditions des expériences.

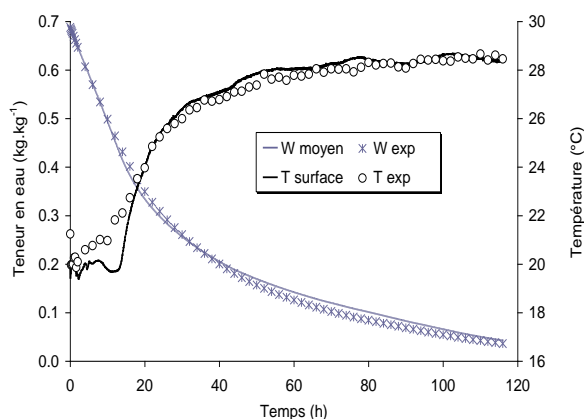


Figure V.26 : Comparaison des cinétiques de séchage simulée et expérimentale (essai 2 : C.C/C, 0 h, 2,6 cm, $1,2 \text{ m.s}^{-1}$).

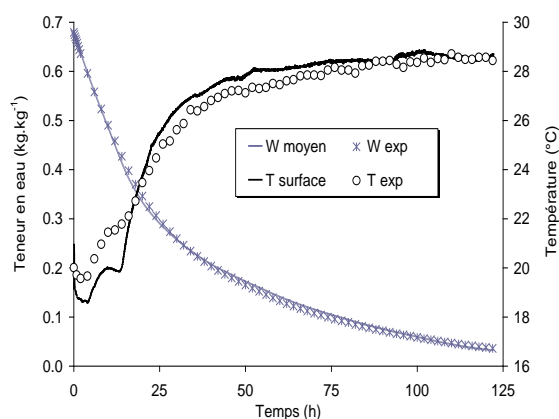


Figure V.27 : Comparaison des cinétiques de séchage simulée et expérimentale (essai 4 : C.C/C, 120 h, 2,5 cm, $1,1 \text{ m.s}^{-1}$).

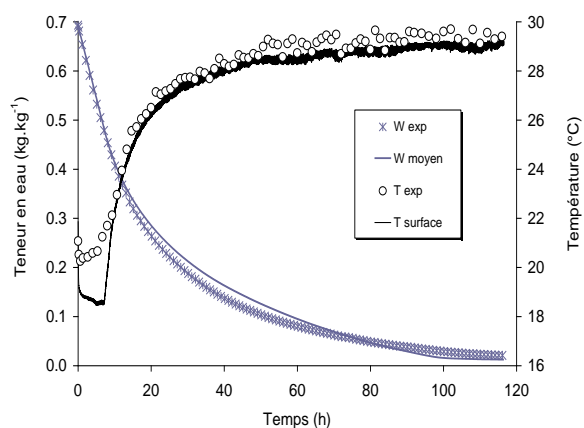


Figure V.28 : Comparaison des cinétiques de séchage simulée et expérimentale (essai 6 : C.C/C, 0 h, 2,5 cm, 2 m.s⁻¹).

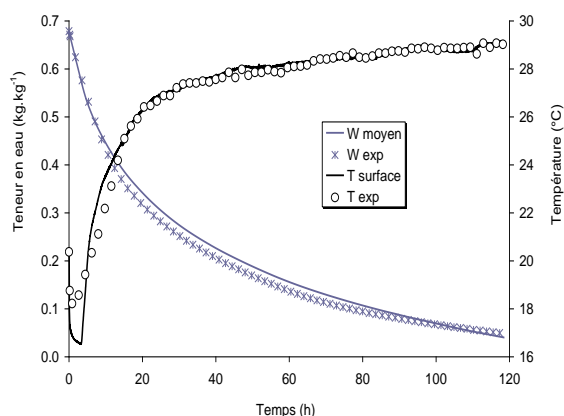


Figure V.29 : Comparaison des cinétiques de séchage simulée et expérimentale (essai 7 : C.C/C, 0 h, 3,8 cm, 2,6 m.s⁻¹).

Les profils des teneurs en eau calculés et mesurés au bout de 14 h et 26 h de séchage sont confrontés (Figure V.32 et Figure V.33). Le premier essai est réalisé sur un échantillon de C.C/C d'une épaisseur de 3,8 cm séché immédiatement après sa mise en œuvre avec une vitesse d'air de 1 m.s⁻¹ (Figure V.30). Le second essai correspond au séchage à une vitesse d'air de 2 m.s⁻¹ d'un matériau de 3,93 cm d'épaisseur 24 heures après la mise en œuvre (Figure V.31). Globalement, et dans les deux cas, on observe que le gradient de teneur en eau est plus important dans le cas de la simulation que lors des mesures. Ce résultat est fortement conditionné par les incertitudes liées à la détermination expérimentale des teneurs en eau dans le produit.

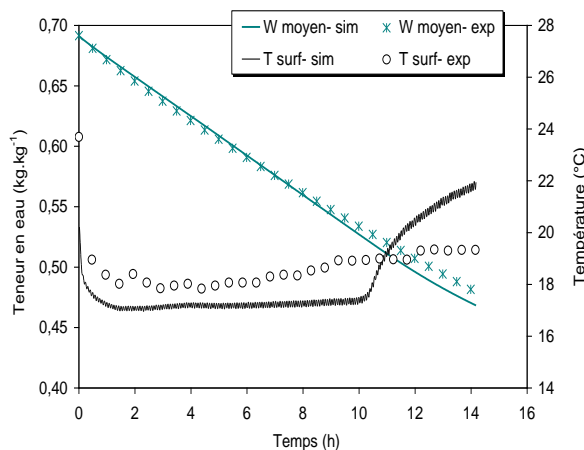


Figure V.30 : Confrontation expérience et simulation (essai 8: C.C/C 0h, 1 m.s⁻¹, 29,4°C).

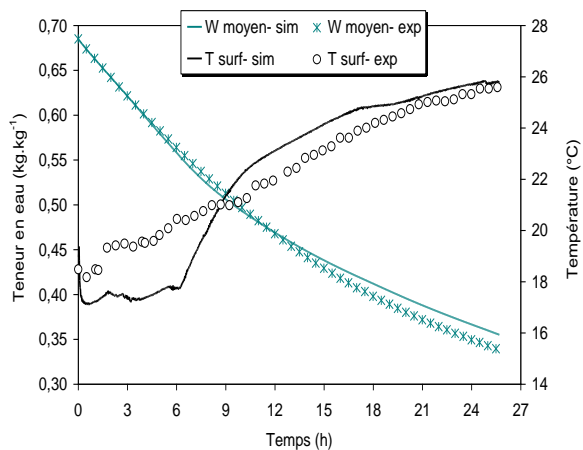


Figure V.31 : Confrontation expérience et simulation (essai 9: C.C/C 24h, 2 m.s⁻¹, 29,4°C).

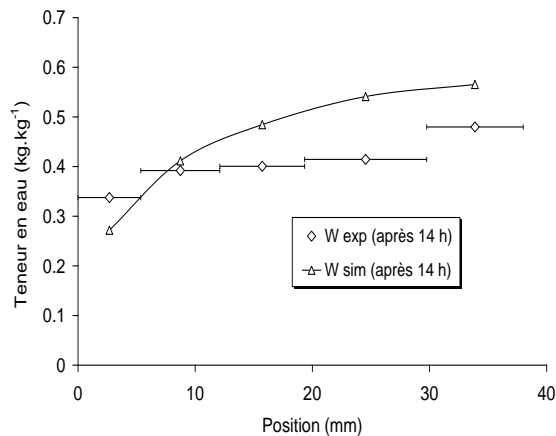


Figure V.32 : Profil des teneurs en eau simulées et expérimentales au bout de 14 h de séchage (essai 8: C.C/C 0h, 1 m.s⁻¹, 29,4°C).

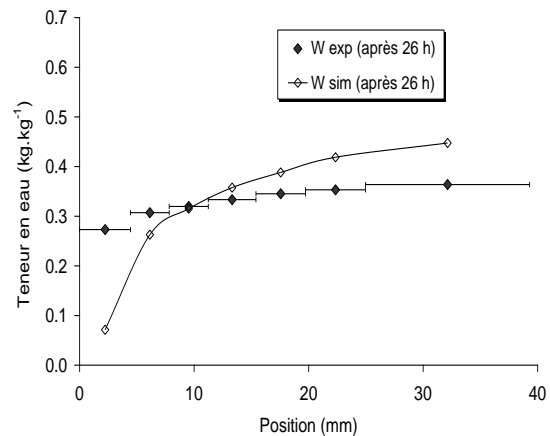


Figure V.33 : Profil des teneurs en eau simulées et expérimentales au bout de 26 h de séchage (essai 9: C.C/C 24h, 2 m.s⁻¹, 29,4°C).

Les Figure V.34 et Figure V.35 correspondent aux simulations des cinétiques de séchage des matériaux à base de granulat de Terrachanvre C.T/C séchés respectivement 0 h et 120 h après mise en œuvre dans les conditions expérimentales des essais 1 et 3. On remarque une bonne présentation de la teneur en eau durant la phase de séchage à vitesse constante et lors de la première phase de ralentissement. Les courbes de teneur en eau simulée et expérimentale ainsi que celles des températures de surface se séparent durant la seconde phase de ralentissement puis elles se rejoignent à nouveau durant la phase de mise en équilibre hygroscopique. Ceci est probablement dû à une sous-estimation du coefficient de transfert en phase liquide.

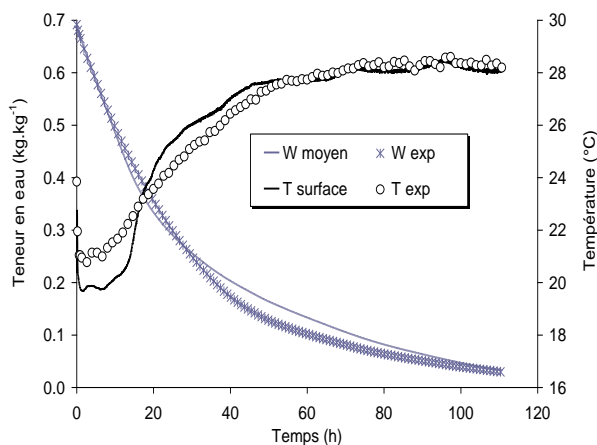


Figure V.34 : Comparaison des cinétiques de séchage simulée et expérimentale (essai 1 : C.T/C, 0 h, 2,5 cm, 1,2 m.s⁻¹).

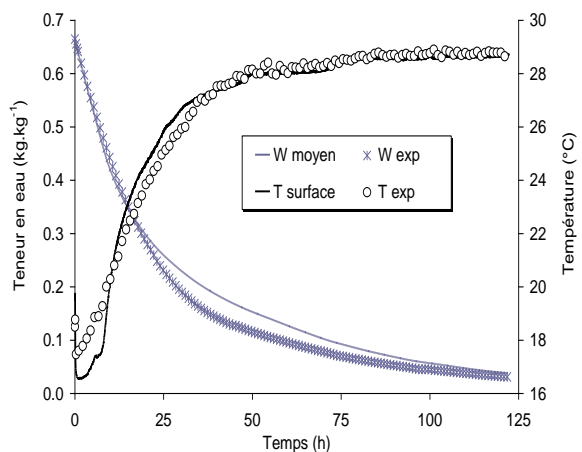


Figure V.35 : Comparaison des cinétiques de séchage simulée et expérimentale (essai 3 : C.T/C, 120 h, 2,5 cm, 1,2 m.s⁻¹).

V.3 Sensibilité du modèle aux paramètres d'entrée

L'étude de sensibilité du modèle aux paramètres d'entrée est réalisée sur un cas de séchage d'un matériau C.C/C. La simulation de référence présentée par la Figure V.36 correspond à un essai dans les conditions aérothermiques et initiales données dans le Tableau V.12 en appliquant une condition adiabatique à l'interface creuset / produit.

Tableau V.12 : Conditions aérothermiques et initiales des simulations numériques

Conditions aérothermiques	$T_{\text{air}} (^{\circ}\text{C})$	30
	$H_r (\%)$	30
	$h_c (\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1})$	25
Conditions initiales	$T (^{\circ}\text{C})$	20
	$W (\text{kg.kg}^{-1})$	0,69
$\rho_s (\text{kg.m}^{-3})$		700
$e (\text{m})$		0,04

Dans un premier temps, nous proposons d'étudier la sensibilité de la température et de la teneur en eau du produit aux variations des coefficients de transfert hydrique estimés. Nous étudions également l'impact des conditions de séchage telles que la température, l'humidité et la vitesse d'air et les propriétés du matériau (conductivité thermique effective et masse volumique sèche) sur ces variables. L'étude est réalisée en appliquant une augmentation de 10% sur les coefficients de transfert hydrique, les conditions de séchage et les propriétés physiques à l'exception de la température et de l'humidité de l'air où les variations respectives sont 1°C et 5%.

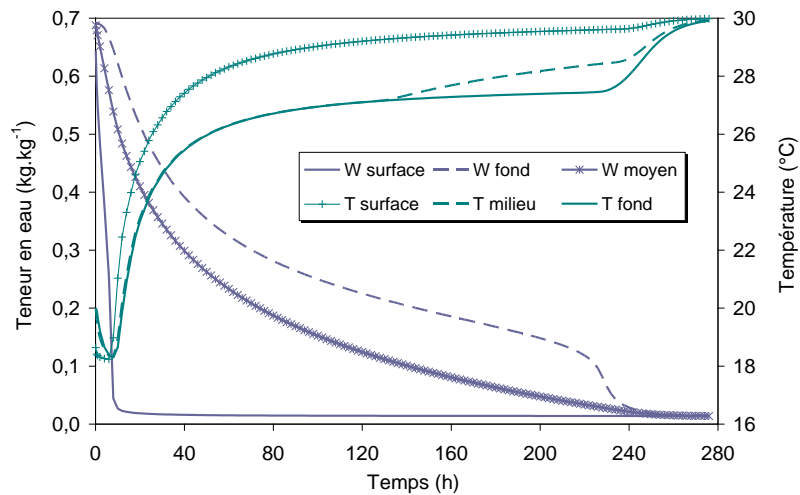


Figure V.36 : Cinétique de séchage de référence d'un matériau C.C/C.

V.3.1 Coefficients de transferts hydriques

La Figure V.37 présente l'évolution de l'écart entre la température de surface et la température de référence pour différentes variations des coefficients de transfert hydrique. On remarque que la sensibilité de la température de surface due à l'augmentation de 10% du coefficient D_l^W est importante au cours des deux phases de ralentissement avec un maximum absolu d'environ 0,8°C. L'effet du coefficient D_v^W est moins important, une augmentation de 10% de celui-ci implique une diminution d'environ 0,1°C de la température de surface. L'augmentation de 10% du coefficient D_v^T a très peu d'influence en la comparant aux autres coefficients ; cependant, en négligeant ce paramètre, la température de surface engendre une variation du même ordre de grandeur que celle provoquée par l'augmentation de 10% du

coefficient D_v^W . La négligence des deux coefficients au même temps engendre une augmentation importante de la température de surface, elle avoisine les 1°C au cours de la première phase de ralentissement et un ralentissement considérable du séchage du produit. La sensibilité de la teneur en eau aux coefficients D_l^W et D_v^W reste du même ordre de grandeur, l'effet du premier coefficient est plus important au cours des deux phases de ralentissement, quant au second coefficient, il est dominant dans le domaine hygroscopique (Figure V.38). L'augmentation de 10% du coefficient D_v^T est sans effet sur la teneur en eau.

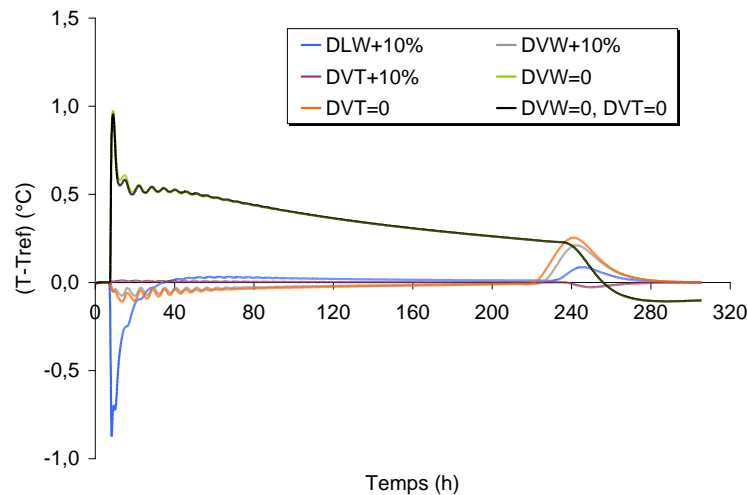


Figure V.37 : Sensibilité de la température de surface aux variations des coefficients de transfert hydrique.

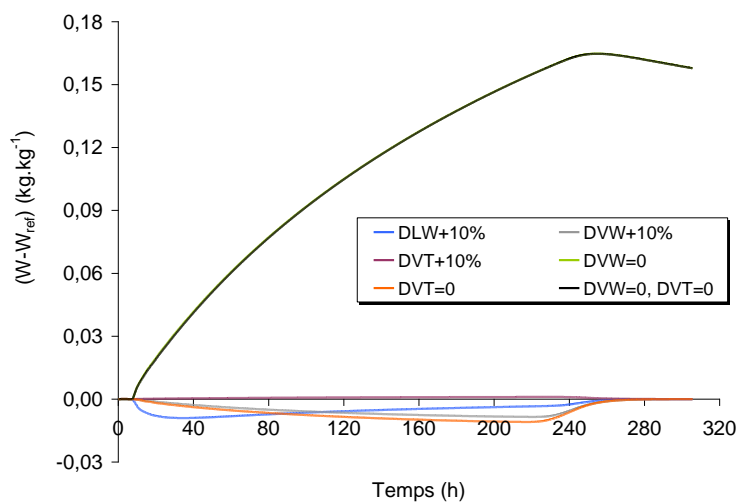


Figure V.38 : Sensibilité de la teneur en eau moyenne aux variations des coefficients de transfert hydrique.

V.3.2 Impact des conditions de séchage, de la masse volumique et de la conductivité thermique

La Figure V.39 présente l'évolution au cours du temps des écarts de température de surface engendrés par les variations des conditions aérothermiques et la masse volumique et la conductivité thermique du produit. On remarque qu'au cours de la première phase de séchage,

la température de surface est principalement influencée par les conditions de séchage. L'augmentation de 5% de l'humidité de l'air fait augmenter de 1°C la température de surface, alors qu'une erreur de 1°C sur la température d'air implique une augmentation de 0,7°C environ de la température de surface. L'impact du coefficient d'échange par convection durant cette période est faible, l'augmentation de 10% de ce dernier fait diminuer la température de la phase isenthalpe de 0,07°C. Un effet similaire mais dans le sens opposé est enregistré avec le coefficient de transfert par rayonnement, l'augmentation de 10% de ce dernier implique une augmentation de la température de surface de 0,07°C environ.

Durant la première phase de ralentissement, la température de surface enregistre une sensibilité importante à l'augmentation de 10% du coefficient h_c , elle se manifeste sous forme d'un pic d'une amplitude de 1,45°C environ. Le même comportement est enregistré avec le coefficient h_r avec une amplitude beaucoup moins importante. Quant à l'humidité de l'air et la masse volumique, un effet inverse est observé, en effet une augmentation de 5% de l'humidité de l'air engendre une diminution de la température de surface de 0,70°C maximum et l'augmentation de 10% de la masse volumique sèche implique une diminution plus importante de la température de surface (l'écart absolu maximal de 0,95°C). L'augmentation de la température de l'air de 1°C produit une augmentation de 1°C de la température de surface. Au cours de la deuxième phase de ralentissement et de la phase de mise en équilibre, l'effet des paramètres se réduit considérablement au cours du temps sauf pour la température d'air.

La teneur en eau moyenne réagit d'une manière différente aux variations des paramètres d'entrée (Figure V.40). La sensibilité la plus importante est enregistrée avec la masse volumique sèche, en effet, une augmentation de 10% de cette dernière engendre un écart important de la teneur en eau qui évolue au cours du séchage pour atteindre son maximum durant la deuxième phase de ralentissement (soit 0,015 kg.kg⁻¹) et se stabiliser aux alentours de cette valeur par la suite. L'augmentation de 5% de l'humidité de l'air implique un séchage moins rapide du matériau et donc un écart important entre les deux teneurs en eau tout au long des phases de séchage avec un maximum de 0,013 kg.kg⁻¹. La température de surface a un effet inverse sur la teneur en eau, en l'augmentant, le matériau sèche plus vite et la teneur en eau chute plus rapidement que la référence. L'effet du coefficient de transfert par convection est beaucoup plus marquant au cours des premières phases de séchage avec un maximum d'environ 0,011 kg.kg⁻¹ enregistré au cours de la phase de ralentissement. Les sensibilités enregistrées avec le coefficient de transfert par rayonnement et la conductivité thermique restent les moins importantes, elle n'excède pas 0,002 kg.kg⁻¹ pour les deux paramètres.

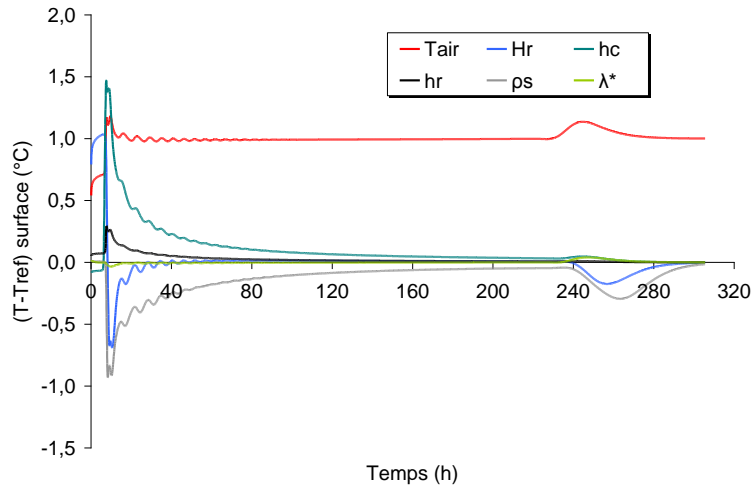


Figure V.39 : Sensibilité de la température de surface aux variations des conditions de séchage et des propriétés physiques du matériau.

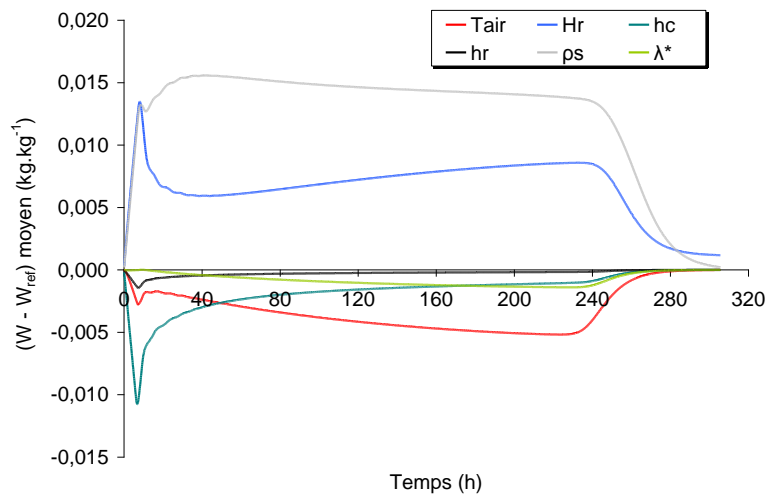


Figure V.40 : Sensibilité de la teneur en eau moyenne aux variations des conditions de séchage et des propriétés physiques du matériau.

V.4 Conclusion

Ce chapitre a été consacré à l'étude numérique des cinétiques de séchage des matériaux chanvre/ chaux. Le modèle et la procédure d'estimation développés dans le chapitre IV ont été exploités pour estimer les coefficients de transfert hydrique du liant et des mélanges chanvre /chaux. Il ressort de ces résultats que l'exploitation de quelques expériences de séchage permet de déterminer les variations des coefficients de transfert hydrique du liant et des mélanges chanvre/liant en fonction de la teneur en eau et de la température. Nous avons montré, dans le cas du liant l'effet de l'âge des matériaux sur les coefficients de transfert hydrique estimés, phénomène probablement lié au développement de la microstructure des matériaux aux cours des premières heures de fabrication. La même procédure d'estimation a été appliquée avec succès aux mélanges chanvre /chaux. La confrontation des résultats expérimentaux avec les simulations a permis de valider le modèle pour différentes conditions

expérimentales, différents types de granulats de chanvre et également différents âges des matériaux.

L'analyse des sensibilités a mis en avant l'importance de bien évaluer le coefficient de transfert par convection, la masse volumique sèche et les conditions de séchage telles que la température et l'humidité l'air et également de bien estimer les coefficients D_l^w et D_v^w pour décrire correctement le comportement thermohydrique du produit.

Conclusion et perspectives

Les travaux développés durant cette thèse ont porté sur l'étude des mécanismes de transfert de chaleur et de masse au sein de matériaux « chanvre-chaux ». L'objectif était d'élaborer et de valider un modèle prédictif du comportement thermohydrique de ces matériaux au jeune âge (phase de séchage) en ayant recours aux techniques inverses pour l'estimation de propriétés difficilement mesurables.

Une présentation des différents mécanismes du transport de l'eau au sein d'un matériau capillaro-poreux hygroscopique a tout d'abord été réalisée. Ce descriptif a permis d'introduire l'ensemble des propriétés nécessaires au développement d'un modèle « thermo-hydrique » à l'échelle macroscopique. Une revue des connaissances actuelle sur les matériaux chanvre/chaux a montré que la phase de séchage de ces matériaux, étape indispensable et déterminante pour les propriétés en usage, été peu traitée dans la littérature.

Des études expérimentales ont été effectuées afin de caractériser les matériaux objet de la thèse. La mesure des cinétiques réactionnelles des liants par calorimétrie a montré que le temps de prise était de l'ordre de 48 heures et l'énergie dégagée faible en comparaison à d'autres matériaux cimentaires. La détermination des isothermes de désorption a montré la nécessité de bien prendre en compte la quantité d'eau chimiquement liée durant ces mesures de longue durée. Ces courbes caractéristiques ont confirmé la macroporosité des matériaux chanvre /liant et leur appartenance à la catégorie des matériaux capillaro-poreux hygroscopiques. Les propriétés thermophysiques nécessaires à la simulation ont également été déterminées.

En parallèle, un travail expérimental conséquent a été mené afin d'établir les cinétiques des matériaux dans le cas d'un séchage convectif sur une face. L'enregistrement automatique des mesures permet de disposer des évolutions au cours du temps de la masse, des températures et des conditions réelles subies par les échantillons. Ces essais ont clairement mis en évidence l'influence des conditions externes telles que la température et la vitesse d'air ainsi que l'effet de l'épaisseur et de la structure poreuse (échantillons avec et sans particules végétales) sur les différentes phases de séchage. Une première estimation du coefficient de transfert massique global a été effectuée par la solution analytique de la loi des Fick.

En ce qui concerne les développements numériques de cette thèse, un modèle macroscopique s'appuyant sur les travaux de Whitaker a été retenu. Les lois qui gouvernent les transferts hydriques dans les matériaux capillaro-poreux hygroscopiques sont représentées par un système d'équations aux dérivées partielles fortement couplées. L'étude bibliographique des méthodes de mesure des coefficients de transfert hydrique a montré que les méthodes nécessitent des expérimentations de longues durées en particulier dans le cas des matériaux fortement hétérogènes où le transfert d'humidité se fait en différentes phases et sous l'effet de différents gradients. L'estimation du coefficient de diffusion global à partir des solutions analytiques est également élémentaire vu les hypothèses simplificatrices imposées. Une grande part des études a alors porté sur le développement et la validation d'une méthode

d'identification par technique inverse des coefficients de transfert hydrique à partir du modèle multi-physique en s'appuyant sur la base de données expérimentale. Les paramètres sont déterminés par la minimisation de la somme des écarts quadratiques entre les valeurs mesurées et calculées des teneurs en eau moyennes et des températures de surface.

Les performances de la procédure d'estimation ont tout d'abord été éprouvées sur un matériau bien connu le béton cellulaire. Il ressort de ces études qu'il est possible d'estimer simultanément un coefficient relatif au transfert de la phase liquide et un paramètre relatif à la diffusion de la phase vapeur dans le matériau.

La procédure d'estimation a ensuite été appliquée avec succès sur les matériaux objet de notre travail. Nous avons pu constater, dans le cas du liant (sans chènevotte), l'effet de l'âge des matériaux sur l'évolution des coefficients de transfert hydrique estimés. Cet effet a été attribué au développement de la microstructure des matériaux aux cours des premières heures de fabrication (effet de l'hydratation) contrairement au mélange chanvre /chaux où on enregistre un effet moindre de l'âge sur l'estimation des paramètres. Ainsi, la confrontation de résultats expérimentaux avec des simulations a permis de démontrer l'intérêt de la démarche mise en œuvre dans le cadre de cette thèse mais aussi de mettre en évidence les améliorations à apporter.

Des prolongements à la fois numériques et expérimentaux sont à mener pour finaliser la démarche :

- Prise en compte de la cinétique réactionnelle du liant dans la phase de séchage,
- Réalisation des études des cinétiques de séchage en présence de gradients de température.

Les extensions de ces travaux seront alors :

- La recherche des conditions ambiantes optimale, température, vitesse et humidité de l'air pour obtenir une phase de séchage maîtrisée
- la prise en compte de l'évolution de la microstructure des matériaux au cours de l'hydratation et son effet sur les isothermes de désorption et les paramètres de transport hydrique.

Références bibliographiques

- Allanic N, Salagnac P, Glouannec P, Guerrier B.,** 2009 – Estimation of an effective diffusion coefficient during infrared – convective drying of a polymer. American Institute of Chemical Engineers. Vol 55 (9): 2345-2355
- Arnaud L.,** 200 – Mechanical and thermal properties of hemp mortars and wools: experimental and theoretical approaches, 3rd International Symposium on Bioresource Hemp, Hannovre (All).
- Arnaud L., Monnet H., Cordier C., Sallet F.,** 2000 – Modélisation par homogénéisation autocohérente de la conductivité thermique de bétons et laines de chanvre, Société Française de Thermique, pp. 543-548.
- Andrieu J., Stamatopoulos A.,** 1986 – Moisture and heat transfer modelling during durum wheat pasta drying, A.S Mudjumdar editor, Drying 86.
- Baroghel-Bouny V.,** 1994 – Caractérisation des pâtes de ciments et des bétons (méthode, analyse, interprétation). Paris, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, 468 p.
- Bellini Da Cunha Neto J. A.,** 1992 – Transport d'humidité en matériau poreux en présence d'un gradient de température. Caractérisation expérimentale d'un béton cellulaire, Thèse de Doctorat, Université de Grenoble 1, France.
- Bentz D.P., Garboczi E.J., Haecker C.J., Jensen O.M.,** 1999 – Effect of cement particle size distribution on performance properties of Portland cement based material, Cement and Concrete Research, Vol. 29, pp. 1663-1671.
- Bevan R. et Woolley T.,** 2008 – Hemp Lime construction. A guide to building with hemp lime composites, Berkshire, IHS BRE Press.
- Boulloc P., Allegret S., Arnaud L.,** 2006 – Le chanvre industriel : production et utilisations. Paris : France Agricole, 431 p.
- Bruijin P. B.,** 2008 – Hemp Concrete: Mechanical properties using both shives and fibres. Licentiale Thesis, Faculty of Landscape Planning, Horticulture and Agricultural sciences ALnarp, Swedish University of Agricultural Sciences, Suède.
- Brunauer S., Emmett P.H., et Teller E.,** 1938 – Adsorption of gases in multimolecular layers, Journal of American Chemical Society, Vol. 60, pp. 309-318.
- Brunauer S., Deming L.S., Eming L.S., Deming W.S. et Teller E.,** 1940 – On a theory of the Van der Waals adsorption of gases, Journal of American Chemical Society, Vol. 62, pp. 1723-1732.
- Buffalo-Lacarrère L.,** 2007 – Prévision et évaluation de la fissuration précoce des ouvrages en béton, Thèse de Doctorat en Génie Civil, Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions, INSA-UPS, Toulouse, France.
- Bütschi P. Y.,** 2004 – Utilisation de chanvre pour la prefabrication d'élément de construction. Thèse de Génie Civil, Moncton : Département de Génie Civil, Faculté d'Ingénieur, Université de Moncton, Canada.
- Carmeliet J., Descamps F., Houvenaghel, G.,** 1999 – A multiscale network model for simulating moisture transfer properties of porous media", Journal Transport in Porous Media, Vol. 35, pp. 67-88.
- Carré P., Le Gall, R.,** 1990 – Définition et détermination des conductivités thermiques dans la structures multicouches C.V.R. – balsa. Revue générale de thermique, n°340, pp. 211-215
- Ceaglske N. H. et Hougen O. A.,** 1937 – The drying of granular solids, Transactions of the American Institute of Chemical Engineers, Vol. 33, pp. 283-312.
- Cerezo V.,** 2005 – Propriétés mécanique, thermique et acoustique d'un matériau à base de particules végétales: approche expérimentale et modélisation théorique, Thèse de Doctorat Mega-ENTPE, INSA de Lyon, France
- Chirife J.,** 1983 – Fundamentals of the drying mechanisms during air-dehydration of food. In. A. S. Mujumdar, editor, Advances of Drying, Vol. 2.
- Coles C., Murio D.,** 2006 – Parameter estimation for a drying system in a porous medium. An International Journal Computers & Mathematics with Application, Vol.51, pp. 1519-1528.
- Collet F.,** 2004 – Caractérisation hydrique et thermique de matériaux de génie civil à faibles impacts environnementaux. Thèse de Doctorat, INSA de Rennes, Rennes, France.

- Collet F., Bart M., Serres L., Miriel J., 2008** – Porous structure and water vapor sorption of hemp-based materials, *Construction and Building Materials*, Vol. 22(6), pp. 1271-1280.
- Comings E. W. et Sherwood T. K., 1934** – The drying of solids: 7. Moisture movement by capillary in drying granular materials. *Industrial and Engineering Chemistry*, Vol. 26, pp. 1096-109.
- Courivaud J.M., 1996** – Etude des transferts couplés de masse et de chaleur en milieu poreux. Application à la cuisson par vapeur saturée du béton cellulaire. Thèse de Doctorat, INPL de Toulouse, France.
- Courivaud J.M, Bacon G., Crausse P., 1997** – Simulation numérique d'un béton cellulaire dans sa phase d'élaboration sous gradient de pression de vapeur à haute température. *Revue Générale de Thermique*, Vol. 36, pp. 264–275.
- Coussy O., Baroghel-Bouny V., Danglia P., Mainguy M., 2000** – Evaluation de la perméabilité à l'eau liquide des bétons à partir de leur perte de masse durant le séchage. Actes du séminaires « Transferts2000 », LCPC, pp. 97-108, Paris.
- Couture F., Jomaa W., Puigalli J.R., 1996** – Relative permeability relations: a key factor for a drying model. *Transport in Porous Media*, Vol. 23 (3), pp. 303-335.
- Crank J., 1975** – The mathematics of diffusion – Clarendon Press Oxford 2nd edition, 414p.
- Crausse p., Laurent J.P., Perrin B., 1996** – Influence des phénomènes d'hystérésis sur les propriétés hydriques de matériaux poreux: Comparaison de deux modèles de simulation du comportement thermohydrique de parois de bâtiment. *Revue Génie Thermique*, Vol. 35, pp. 95-106, Elsevier Paris.
- D'Aloie L., Chanvillard G., 2002** – Determining the apparent activation energy of concrete Ea- Numerical simulations of the heat of hydration of cement, *Cement and Concrete Research*, Vol. 32, pp. 1277-1289
- Dantas L.B., Orlande H.R.B., Cotta R.M., 2002** – Estimation of dimensionless parameters of Luikov's system for heat and mass transfer in capillary porous media. *International Journal of Thermal Sciences*, Vol. 41, pp. 217-227.
- Dantas L.B., Orlande H.R.B., Cotta R.M., 2003** – An inverse problem of parameter estimation for heat and mass transfer in capillary porous media. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 46, pp. 1587–1598.
- De Ponte F., Klarsfeld S., 2002** – Conductivité thermique des isolants, *Techniques de l'ingénieur*
- Dietl C., Winter E., Viskanta R., 1998** – An efficient simulation of heat and mass transfer processes during drying of capillary porous hygroscopic materials. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 41, pp. 3611-3625.
- Dincer I., Dost S., 1996** – A modelling study for moisture diffusivities and moisture transfer coefficients in drying of solid objects, *Int. J. Energy Res.*, Vol. 20 (6), pp. 531–539.
- Dullien F.A.L., 1992** – Porous Media: Fluid Transport and Pore Structure, second edition., Academic Press.
- Edgar T.F., Himmelblau D.M., 2001** – Optimization of chemical processes, Mc Graw-Hill International Editions.
- Elfordy S., Lucas F., Scudeller Y., Goudet L., 2007** – Mechanical and thermal properties of lime and hemp concrete "hempcrete" manufactured by a projection process. *Construction and Building Materials*, 8 p.
- Escadeillas G., 2006** – Les éco-matériaux dans la construction : enjeux et perspectives, Septième édition des Journées scientifiques du Regroupement francophone pour la recherche et la formation sur le béton, (RF) 2B, Toulouse, France.
- Evrard A., 2002** – Utilisation de chanvre dans la construction. Disponible en ligne sur <http://www.chanvre-info.ch/info/>.
- Evrard A., 2008** – Transient hygrothermal behaviour of lime-hemp materials. PhD. Thesis in Applied Science, Université Catholique de Louvain, Belgique.
- Fergusson W.J., Turner I.W., 1994** – Unstructured numerical solutions techniques applied to timber drying problem. *Proceeding of the 9th International Drying Symposium*, Vol. B, pp. 719-726.
- FFB Champagne Ardenne, 2007** – AGROBAT : caractérisation du béton de chanvre
- Glouannec P., Lecharpentier D., Noël H., 2002** – Experimental survey on the combination of radiating infrared and microwave sources for the drying of porous material. *Applied Thermal Engineering*, Vol. 22, pp. 1689-1703.
- Glouannec P., Chauvelon P, T. Colinart T., Le Bideau P., Zaknounge A., Jameladine N., 2010** – Experimental and numerical studies of the drying of hemp concrete, 17th International Drying Symposium (IDS 2010), Series Editor: A. S. Mujumdar, Vol. C, pp. 2028-2033, Magdeburg, Germany.

Glouannec P., Collet F., Lanos C., Mounounga P., Pierre T., Poullain P., Pretot S., Chamoin A., Zaknoute A., 2011 – Propriétés physiques de bétons de chanvre, Matériaux et Technique.

Hagentoft C-E, Sasic Kalagasidis A., Adl-Zarrabi B., Roesl S., Carmeliet J., Hens H., Grunewald J., Funk M., Becker R., Shamir D., Adan O., Brocken H., Kumaran K., Djebbar R., 2004 – Assessment Method of Numerical Prediction Models for Combined Heat, Air and Moisture Transfer in Building Components. Benchmarks for One-dimensional Cases. Journal of Thermal Envelope and Building Science, Vol. 27, No. 4.

Hall C. W., 1980 – A comprehensive bibliography of drying references. ASAE, St Joseph, Michigan.

Haouas A., 2007 – Comportement au jeune âge des matériaux cimentaires - Caractérisation et modélisation Chimio-Hydro-Mécanique du retrait. Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure, Cachan.

Henry P.H., 1939 – Diffusion in absorbing media, Proceeding in Royal Society London, 171A, pp. 215-241

Ho Thi T.N., 2008 – Etude de l'influence de la température et de l'humidité sur les propriétés mécaniques en traction de fibres de chanvre et de COCO. Thèse de doctorat en Génie, Ecole de Technologie supérieure, Université de Québec ;

Hustache H. et Arnaud L., 2008 – Synthèse des connaissances sur les bétons et mortiers de chanvre, Construire en Chanvre.

International Union of pure and Applied Chemistry, 1985 – Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity, Pure and Applied Chemistry, Vol. 57 (4), pp. 603-619

International Union of pure and Applied Chemistry, 1994 – Recommendation for the characterization of porous solids, Pure and Applied Chemistry, Vol. 66 (8), pp. 1739-1758

Jury W.A., Letey J., 1979 – Water vapor movement in soil: reconciliation of theory and experiment. Soil Science Society of America Journal, Vol.43, pp. 823-827.

Kada Benameur H., Wirquin E., Duthoit B., 1999 – Determination of apparent activation energy of concrete by isothermal calorimetry. Cement and Concrete Research, Vol. 30, pp. 301-305.

Kari B., Perrin B., Foures J.C., 1991 – Perméabilité à la vapeur d'eau de matériaux de construction : calcul numérique. Materials and Structures, 24: 227-233.

Keey R.B., 1980 – Theoretical foundations of drying technology, In A. S. Mujumdar, editor, Advances in drying, Vol.

Ketelaars A., Pel L., Coumans W., Kerkhof P., 1995 – Drying kinetics: a comparison of diffusion coefficients from moisture concentration profiles and drying curves. Chemical Engineering Sciences, Vol. 50, pp. 1187-1191.

Kießl K., 1983 – Capillary and vaporous moisture transport in multi-layered building components. PhD thesis, Universität-Gesamthochschule Essen.

Kjellsen K.O., Detwiler R.J., Gjorv O.E., 1991 – Development of microstructures in plain cement pastes hydrated at different temperatures, Cement and Concrete Research, Vol. 21, pp. 179-189

Knudsen T., 1984 – Dispersion Model for Hydration of Portland Cement I. General Concepts, Cement and concrete research, Vol. 14, pp. 622-630

Kohonen R., 1984 – method to analyze the transient hygrothermal behaviour of building materials and components. Dissertation Helsinki University of Technology.

Kreith F., 2003 – Inverse Engineering Handbook, Keith A. Woodbury Edition, The Mechanical Engineering handbook series.

Krischer O., Kroll K., 1957 – Die Wissenschaftlichen Grundlagen der Trocknungstechnik, Springer Verlag, traduite par C.E.T.I.A.T, Orsay 1963.

Krus M., 1996 – Moisture transport and storage coefficients of porous mineral building materials: Theoretical principles and new test methods. Fraunhofer IRB Verlag.

Kunzel H. M., 1995 – Simultaneous heat and moisture transport in building components, Fraunhofer IRB Verlag Stuttgart, ISBN 3-8167-4103-7

Lackner R., Pichler C., Mang H. A., 2005 – Thermochemomechanics of cement-based materials at finer scales of observation : Application to hybrid analyses of shotcrete tunnel linings, Engineering Structures under Extreme Conditions -

Multi-physics and Multi-scale computer models in non-linear analysis and optimal design, ed. by A. Ibrahimbegovic and B. Brank, IOS Press, pp. 170–199.

Langmuir, 1918 – The adsorption of gases on plane surfaces of glass, mica and platinum, *Journal of American Chemical Society*, Vol. 40, 1361 pp.

Lawrence R.M.H., Mays T.J., Walker P., D'ayala D., 2006 – Determination of carbonation profiles in non – hydraulic lime mortars using thermogravimetric analysis. *Thermochimica acta*, Vol. 444, pp. 179 – 189

Lecharpentier D., 2002 – Optimisation d'un procédé de séchage. Problématique liée au transfert de masse et de chaleur lors d'utilisation de technologie rayonnantes micro-onde et infrarouge. Thèse de doctorat, Université de Nantes.

Lewis W.K., 1921 – The rate of drying of solid materials. *Ind. Eng. Chem.*, Vol. 13 (1), pp. 427-432.

Luikov A. V., 1966 – Heat and mass transfer in capillary porous body, Pergamon Press.

Monge J., 2008 – Fissuration des Mortiers en Couches Minces - Effets de l'Hydratation, du Séchage et de la Carbonatation, Laboratoire de Mécanique et Technologie, ENS Cachan, Université Paris 6.

Mounanga P., 2003 – Etude expérimentale de comportement de pâtes de ciment au très jeune âge : hydratation, retraits, propriétés thermophysiques. Laboratoire de Génie Civil de Nantes, Saint Nazaire.

Moyne C., 1987 – Transferts couplés chaleur – masse lors du séchage : prise en compte du mouvement de la phase gazeuse. Thèse de Doctorat, Institut polytechnique de Lorraine, France.

Navarri Ph., 1992 – Etude du séchage par rayonnement infrarouge: application à un produit capillaro-poreux et à une enduction, Thèse de Doctorat, Université de Claude Bernard, Lyon, France.

Nguyen, T.T., 2010 – Contribution à l'étude de la formulation et du procédé de fabrication d'élément de construction en béton de chanvre, Thèse de Doctorat, Université de Bretagne Sud, Lorient, France.

Patankar S.V., 1980 – Numerical heat transfer and fluid flow, Hemisphere, NY.

Peng Y., 2006 – New models for predicting hydration and maturity development in blended cementations systems. Thèse de Doctorat, University of Michigan, United state.

Perré P., Degiovanni A., 1990 – Simulation par volumes finis des transferts couplés en milieux poreux anisotropes: séchage du bois à basse et à haute température, *Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 33(11), pp. 2463-2478.

Perré P., Moyne A., 1991 – Processes related to drying : Part II- Use of the same model to solve transfers both in saturated and unsaturated porous media, *Journal of Drying Technology*, Vol. 9 (5), pp. 1153-1179.

Peyratout C.S., Le Troëdec M., Chotard T., Bonnet J.-P., Smith A., 2007 – Modifications physicochimiques des interactions entre les fibres de chanvre et la chaux : impacts sur les propriétés mécanique de mortiers. 18ème congrès Français de Mécanique, Grenoble.

Philip J.R., De Vries D.A., 1957 – Moisture movement in porous material under temperature gradients. *Trans. Am. Geoph. Union*, 222-232.

Pratt A.W., 1969 – Heat transmission in low conductivity materials, *IN Thermal Conductivity*, Col. 1, R.P. Tye. Edition, Academic Press, London, pp. 301-405.

Puiggali J.R., Quintard D., 1992 – Properties and simplifying Assumptions for Classical Drying Model, In Mujumdar, A.S. Edition., *Advances in Drying* Vol. 5, pp.109-143, Hemisphere Publishing Co. Washington.

Qin M., Belarbi R., Aït-Mokhtar A., Seigneurin A. 2006 – An analytical method to calculate the coupled heat and moisture transfer in building materials. *International Communications in Heat and Mass Transfer*, Vol.33, pp. 39-48.

Rose D. A., 1963 – Water movement in porous materials: Part1 - The separation of the components of water movement, *Britannic Journal of Applied Physics*, Vol. 14, pp. 491-496.

Samri D., 2008 – Analyse physique et caractérisation hygrothermique des matériaux de construction: approche expérimentale et modélisation numérique. Thèse de Doctorat, Institut Nationale des Sciences Appliquées de Lyon, France.

Saltelli A., Tarantola S., Chan K., 1999 – A quantitative, model independent method for global sensitivity analysis of model output", *Technometrics*, Vol. 41(1), pp. 39-56.

- Schirmer R.**, 1938 – Diffusionzahl von Wasserdampf-Luft-Gemischen und die Verdampfungsgeschwindigkeit. 2. VDI Beil. Verfahrenstechnik. Vol 6, pp. 170-177.
- Schlunder E.U.**, 1990 – On the mechanism of the constant drying rate period. In A.S. Mujumdar and M. Roques, editors, Drying '89.
- Sedan D.**, 2007 Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite. Thèse Matériaux Céramiques et Traitement de Surface, Limoge. Université de Limoges.
- Sherwood T.K.**, 1929 – The drying of solids. Ind. Eng. Chem., Vol. 21 (1), pp. 12-16.
- Treybal R.E.**, 1981 – Mass transfer operations. Mc-Graw Hill Book Co., Singapore, 3 edition.
- Turner W.**, 1993 – Mathematical Modelling and numerical simulation of the drying process, Invited paper for Chemical Engineering in Australia. pp. 8-15
- Turner W., Perré P.**, 1995 – A comparison of the drying simulation codes TRANSPORE and WOOD2D which are used for the modelling of two dimensional drying processes, Journal of Drying Technology special edition on Mathematical Modelling and numerical simulation Vol. 13(3), pp.695-735
- Udell K. S.**, 1985 – Heat transfer in porous considering phase change and capillarity—the heat pipe effect. International Journal of Heat and Mass Transfer, Vol. 28 (2), pp. 485-495
- Van Breugel K.**, 1995 – Numerical simulation of hydration and microstructural development in hardening cement-based materials. Cement and Concrete Research, Vol. 25(2), pp. 319-331.
- Van Meel D.A.**, 1958 – Adiabatic convective batch drying with recirculation of air. Chemical Engineering Science, Vol. 44, pp. 9-36.
- Verbeck G., Helmuth R.**, 1968 – Structures and physical properties of cement paste, Proceedings of the 5th international symposium on the chemistry of cement, Cement Association of Japan, Tokyo, pp. 1-32
- Waananen K.M., Litchfield J.B., Okos M.R.**, 1993 – Classification of drying models for porous solids, Drying Technology, Vol. 11(1), pp. 1-40.
- Waller V.**, 1999 – Relations entre composition des bétons, exothermie en cours de prise et résistance en compression. Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, France.
- Whitaker S.**, 1977 – Simultaneous heat, mass and momentum transfer in porous media: A theory of drying, Advanced Heat Transfer, Vol. 13, pp. 119-203.
- Zaknune A., Chauvelon P., Glouannec P., Salagnac P., Collet F.**, 2008 – Experimental study of hemp concrete block drying, 16th International Drying Symposium (IDS 2008), Series Editor: A. S. Mujumdar, Vol. B, pp. 894-900, Hyderabad, India.
- Zaknune A., Glouannec P., Salagnac P., Le Bideau P.**, 2010 – Modelling of heat and mass transfer during drying of an ecological building material, 17th International Drying Symposium (IDS 2010), Series Editor: A. S. Mujumdar, Vol. A, pp. 276-284, Magdeburg, Germany.
- Zaknune A., Glouannec P., Salagnac P.**, 2011 – Estimation of moisture transport coefficients in porous material using experimental drying kinetics, Heat and Mass Transfer , On line: July 2011 .